

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 623 463**

51 Int. Cl.:

**C07C 263/04** (2006.01)  
**C07C 265/14** (2006.01)  
**C07C 269/04** (2006.01)  
**C07C 271/42** (2006.01)  
**C07C 269/00** (2006.01)  
**C07C 271/54** (2006.01)  
**C07C 271/56** (2006.01)  
**C07C 271/58** (2006.01)  
**C07C 275/40** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.09.2009 PCT/JP2009/005007**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **24.02.2011 WO11021257**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.09.2009 E 09833912 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.01.2017 EP 2439191**

54 Título: **Procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N sustituido, procedimiento para producir isocianato utilizando éster del ácido carbámico N sustituido y composición para transferir y almacenar éster del ácido carbámico N sustituido que contiene un éster del ácido carbámico N sustituido y compuesto hidroxilado aromático**

30 Prioridad:

**21.08.2009 JP 2009192250**  
**21.08.2009 JP 2009192268**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**11.07.2017**

73 Titular/es:

**ASAHI KASEI KABUSHIKI KAISHA (100.0%)**  
**1-105 Kanda, Jinbocho, Chiyoda-ku**  
**Tokyo 101-8101, JP**

72 Inventor/es:

**SHINOHATA, MAASAKI y**  
**MIYAKE, NOBUHISA**

74 Agente/Representante:

**DURÁN MOYA, Carlos**

ES 2 623 463 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

5 Procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido, procedimiento para producir isocianato utilizando éster del ácido carbámico N-sustituido y composición para transferir y almacenar éster del ácido carbámico N-sustituido que contiene un éster del ácido carbámico N-sustituido y compuesto hidroxilado aromático

Sector técnico

10 La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido, a un procedimiento para producir isocianato que utiliza éster del ácido carbámico N-sustituido y a una composición para transferir y almacenar éster del ácido carbámico N-sustituido que comprende un éster del ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilado aromático.

15 Técnica anterior

Los isocianatos se utilizan ampliamente como materias primas para la fabricación de productos, tales como, espumas de poliuretano, pinturas y adhesivos. El principal procedimiento de fabricación industrial de isocianatos comprende hacer reaccionar una amina con fosgeno (procedimiento del fosgeno) y casi toda la cantidad de isocianatos producidos en todo el mundo se produce según el procedimiento del fosgeno. Sin embargo, el procedimiento del fosgeno presenta numerosos problemas.

25 En primer lugar, este procedimiento requiere la utilización de una gran cantidad de fosgeno como materia prima. El fosgeno es extremadamente tóxico y requiere precauciones de manipulación especiales para evitar la exposición de los que lo manipulan, y también requiere aparatos especiales para detoxificar los residuos.

30 En segundo lugar, dado que se produce cloruro de hidrógeno altamente corrosivo en grandes cantidades como subproducto del procedimiento del fosgeno, además de requerir un procedimiento para detoxificar el cloruro de hidrógeno, en muchos casos el cloro hidrolítico está contenido en los isocianatos producidos, lo que puede tener un efecto perjudicial sobre la resistencia a las inclemencias meteorológicas y la resistencia al calor de los productos de poliuretano, en el caso de la utilización de isocianatos producidos utilizando el procedimiento del fosgeno.

Tomando como base estos antecedentes, se ha buscado un procedimiento para la fabricación de compuestos de isocianato que no utilice fosgeno.

35 Aunque los ejemplos de dichos procedimientos incluyen un procedimiento para sintetizar isocianato alifático partir de un compuesto nitro alifático y monóxido de carbono, y un procedimiento para convertir un compuesto de amida alifática en isocianato mediante descomposición de Hoffmann, ambos de estos procedimientos tienen un rendimiento escaso y son inadecuados para la aplicación industrial.

40 Desde hace mucho tiempo se conocen procedimientos para obtener un isocianato y un compuesto hidroxilado mediante descomposición térmica de un éster del ácido carbámico N-sustituido, un ejemplo de los cuales puede incluir el procedimiento de A.W. Hoffmann (véase el documento no de patente 1). Este procedimiento permite un elevado rendimiento que se logra más fácilmente que los procedimientos descritos anteriormente, y las reacciones básicas utilizadas en este procedimiento se indican a continuación:



50 (en las que R representa un residuo orgánico que tiene una valencia de n, R' representa un residuo orgánico monovalente, y n representa un número entero de 1 o más). La descomposición térmica representada por las fórmulas generales anteriores es reversible y aunque el equilibrio de la misma está desviado hacia el éster del ácido carbámico N-sustituido en el lado izquierdo a bajas temperaturas, el lado con el compuesto isocianato e hidroxilado es ventajoso a altas temperaturas.

55 De esta manera, la descomposición térmica de un éster del ácido carbámico N-sustituido se asocia con condiciones de reacción duras, tales como, cuando se lleva a cabo a temperaturas altas, así como la aparición concomitante de diversas reacciones secundarias irreversibles.

60 Como se indica en la publicación de Schiff (véase el documento no de patente 2) y la investigación de E. Dyer y GC Wright (véase el documento no de patente 3), entre los ejemplos de dichas reacciones secundarias se pueden incluir las que dan lugar a la formación de ureas sustituidas, biurets, uretodionas, carbodiimidias e isocianuratos.

65 Estas reacciones secundarias no solo causan disminuciones de la selectividad y del rendimiento del isocianato diana, sino que también inducen la formación de polímeros durante la producción de poliisocianato, en particular, y según los casos, pueden causar una situación que haga que el funcionamiento a largo plazo sea difícil, tal como, la

obstrucción del reactor mediante la precipitación de sólidos poliméricos.

La mayoría de las reacciones secundarias indeseables se producen a temperaturas más altas, tienen un tiempo de reacción largo y el isocianato formado tiende a aumentar la mayor duración del contacto con cada componente de la mezcla de reacción.

Hasta ahora, se han propuesto diversos procedimientos para la obtención de un rendimiento de isocianato favorable mediante la inhibición de la formación de productos de reacciones secundarias indeseables durante la descomposición térmica de un ésteres del ácido carbámico N-sustituido.

En primer lugar, con respecto a los procedimientos para producir un intermedio en forma de éster del ácido carbámico N-sustituido, se han dado a conocer diversos procedimientos para la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido que no utilizan fosgeno. Por ejemplo, en el documento de patente 1 se describe un procedimiento para la uretanación oxidativa de una amina primaria, monóxido de carbono y un alcohol alifático o compuesto hidroxilado aromático utilizando un catalizador de metal precioso. Sin embargo, dado que este procedimiento utiliza monóxido de carbono altamente tóxico y un catalizador de metal precioso caro, presenta problemas, tales como, requerir un procedimiento complicado y un costo excesivo para recuperar el catalizador del producto en forma de éster del ácido carbámico N-sustituido.

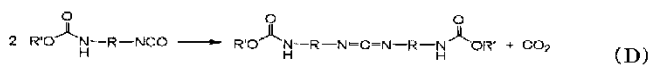
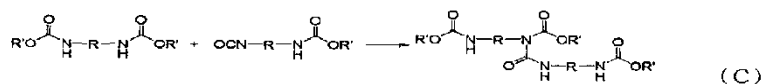
Además, en el documento de patente 2 se describe un procedimiento para producir éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido mediante la reacción de una N-alquil-N,N'-dialquilurea, un compuesto hidroxilado aromático y cloruro de hidrógeno gaseoso. Sin embargo, este procedimiento utiliza cloruro de hidrógeno gaseoso corrosivo, consume un compuesto de urea caro y poco común, y presenta el problema de requerir un procedimiento complicado y un costo excesivo para recuperar el éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido de un hidroccloruro de N,N'-dialquilamina formado como subproducto.

Los procedimientos que utilizan urea o un derivado del ácido carbónico (tal como, éster del ácido carbónico o éster del ácido carbámico) se han propuesto como procedimientos para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido que son alternativos a los procedimientos que utilizan materias primas o catalizadores y similares, de la forma de los procedimientos descritos anteriormente.

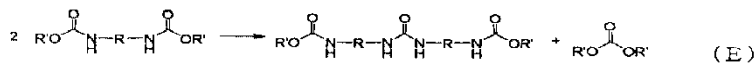
El documento de patente 3 describe un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido alifático que no utiliza fosgeno, en el que se produce una urea 1,3-di-sustituida a partir de una amina primaria y urea en una primera etapa, y se produce un éster del ácido carbámico N-sustituido mediante la reacción de la urea 1,3-disustituida con un compuesto hidroxilado, seguido de separación y recuperación de la amina primaria producida como subproducto y su devolución a la primera etapa en una segunda etapa. Sin embargo, no solo es bajo el rendimiento del éster del ácido carbámico N-sustituido formado, sino que se requiere el equipo de reciclaje para la amina primaria, con lo que el proceso se hace extremadamente complicado y hace que este procedimiento sea insatisfactorio para aplicación industrial.

Un ejemplo de un procedimiento para producir un éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido utilizando urea o un derivado del ácido carbónico se da a conocer en el documento de patente 4 en el que una diamina, un alcohol y urea se hacen reaccionar para convertir a un éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido. El documento de patente 5 da a conocer un procedimiento para la producción de un éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido después de producir primero bis-urea a partir de una poliamina primaria alifática, urea y alcohol, mientras que el documento de patente 6 da a conocer un procedimiento para producir éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido mediante la reacción parcial de urea y alcohol en una primera etapa y, después, suministrar de una diamina en una segunda etapa posterior.

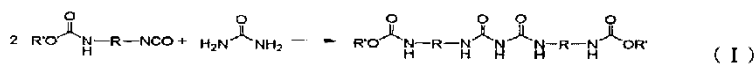
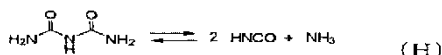
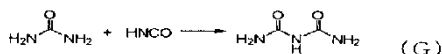
Sin embargo, ya que los ésteres -O-alquílicos del ácido carbámico N-sustituido producidos por estos procedimientos son térmicamente muy estables, una reacción de descomposición térmica que produce isocianatos a partir de estos ésteres -O-alquílicos del ácido carbámico N-sustituidos requiere una temperatura alta que causa la formación de polímeros debido a las reacciones secundarias indeseadas (por ejemplo, los representados por las fórmulas (C) a (E) indicadas a continuación). Además, aunque la urea se añade generalmente en exceso para obtener O-alquiluretano N-(alifático)-sustituido con un alto rendimiento, ya que la propia urea residual en exceso sufre una reacción de descomposición térmica a temperaturas de 130°C o más, se generan ácido isociánico y amoniaco gaseoso (véase, por ejemplo la fórmula (F) indicada a continuación), o el ácido isociánico forma biurets que además sufren descomposición térmica a temperaturas de 200°C o mayores (véase, por ejemplo, las fórmulas (G) y (H) indicadas a continuación), contribuyendo de este modo a la formación de polímeros y similares (véase, por ejemplo, las fórmulas (I) a (L) indicadas a continuación). Puesto que estos polímeros y similares tienen una solubilidad extremadamente baja en disolventes y similares, con frecuencia se adhieren o solidifican en el recipiente de reacción, lo que hace que estos procedimientos sean desde el punto de vista industrial satisfactorios. Además, puesto que no hay descripción respecto a la recuperación de la urea o derivado del ácido carbónico utilizados en exceso, no se pudo evitar el aumento de la cantidad de urea o derivado del ácido carbónico utilizado.



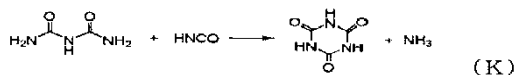
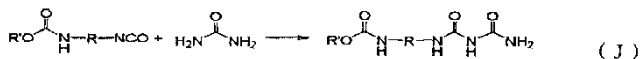
5



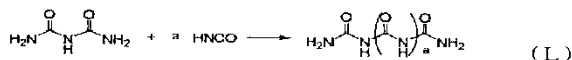
10



15



20



(en las que R representa un residuo orgánico, R' representa un grupo alifático, y a representa un número entero de 0 o más.)

25

Además, en aras de simplificar la explicación, aunque las fórmulas anteriores indican reacciones en el caso de que R representa un residuo orgánico divalente y R' representa un residuo orgánico monovalente, puede deducirse fácilmente que reacciones similares proceden incluso en el caso de que ambos R y R' tienen una valencia de 2 o más.

30

Con respecto a este punto, se sabe que los ésteres -O-arílicos del ácido carbámico N-sustituido se descomponen fácilmente en sus correspondientes isocyanatos y compuestos hidroxilados aromáticos (véase, por ejemplo, el documento no de patente 4), y se han dado a conocer diversos procedimientos para producir ésteres -O-arílicos del ácido carbámico N-sustituido.

35

El documento de patente 7 da a conocer un procedimiento para producir un éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido alifático mediante una reacción en una etapa de urea, un compuesto hidroxilado aromático y una amina primaria alifática. El documento de patente 8 da a conocer un procedimiento para la producción de un éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido por reacción de urea y un compuesto hidroxilado aromático en una primera etapa, seguido de la reacción con una amina primaria en una segunda etapa.

40

En estos procedimientos también es necesario utilizar una cantidad en exceso de urea o derivado del ácido carbónico con respecto al grupo amino de la amina alifática, con el fin de mejorar el rendimiento basado en la amina alifática comparativamente cara. No obstante, dado que estos documentos de patente tampoco describen la recuperación de la urea o derivado del ácido carbónico utilizados en exceso, no se pudo evitar el aumento de las cantidades de urea o derivado del ácido carbónico utilizado.

45

50

En el documento de patente 9 se da a conocer un procedimiento para la producción de un éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido alifático a partir de una poliamina primaria alifática, un compuesto hidroxilado aromático y urea y/o un compuesto del ácido -O-arilo-carbámico no N-sustituido, en el que el compuesto del ácido -O-arilo carbámico no N-sustituido se recupera de la solución de la reacción de uretanación resultante y se recicla como materia prima de la reacción de uretanización. Según este procedimiento, se hace un intento para inhibir los aumentos de unidades básicas de la urea o compuesto del ácido -O-arilo carbámico no N-sustituido. Este procedimiento comprende la obtención de un compuesto hidroxilado aromático y ácido isocianico mediante descomposición térmica de un compuesto del ácido -O-arilo carbámico N-sustituido contenido en una solución de reacción de uretanación, la reabsorción del ácido isocianico formado por descomposición en el compuesto hidroxilado aromático y, después, la reacción con el compuesto hidroxilado aromático para recuperar el compuesto

55



del ácido -O-arilo carbámico no N-sustituido. Sin embargo, además de que el procedimiento es complicado, la velocidad de recuperación del compuesto del ácido -O-arilo carbámico no N-sustituido no pudo ser adecuadamente satisfactoria.

5 En el caso de todos los procedimientos descritos anteriormente, es difícil obtener cuantitativamente éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido mediante la utilización de urea y un éster del ácido carbámico no N-sustituido como materias primas, y no solo son diversas estructuras de polímeros formados (y en muchos casos que contienen polímeros en los que las estructuras de los mismos no se pueden identificar), estos polímeros se adhieren al recipiente de reacción o, como resultado de la formación de estos compuestos, existía el problema de los aumentos  
10 en las cantidades de urea y de los compuestos de amina utilizados. Además, a la hora de producir isocianatos mediante la aplicación de éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido a una reacción de descomposición térmica, estos polímeros, además, forman otros polímeros mediante la reacción con isocianatos formados por descomposición térmica, que también pueden causar problemas debido a la adhesión al recipiente de reacción o a la solidificación en el mismo.

15 Por lo tanto, se han dado a conocer procedimientos para permitir que un disolvente esté presente durante la descomposición térmica de los ésteres del ácido -O-arilo carbámico N-sustituido o ésteres -O-alquílicos del ácido carbámico N-sustituido, por ejemplo, para evitar el problema de la adherencia y solidificación de los polímeros al recipiente de reacción.

20 Por ejemplo, según la descripción del documento de patente 10, la descomposición térmica de un policarbamato alifático, alicíclicos o aromático se lleva a cabo a 150-350°C y de 0,001 a 20 bares en presencia de un disolvente inerte y en presencia o ausencia de un catalizador, agente auxiliar en forma de cloruro de hidrógeno, cloruro del ácido orgánico, agente alquilante o cloruro de estaño orgánico. Los subproductos formados pueden retirarse de  
25 forma continua del recipiente de reacción junto con la solución de reacción, por ejemplo, y una cantidad correspondiente de disolvente fresco o disolvente recuperado simultáneamente. Sin embargo, una desventaja de este procedimiento es que, por ejemplo, se produce una disminución en la eficiencia de la producción de poliisocianato debido a la utilización de un disolvente a reflujo, y, lo que es más, se requiere una gran cantidad de energía, incluida la de recuperar el disolvente, por ejemplo. Por otra parte, el agente auxiliar utilizado es volátil en las  
30 condiciones de reacción, con lo que potencialmente contamina el producto de descomposición. Además, la cantidad de residuos se basa en gran medida en la cantidad de poliisocianato formado, con lo que la eficiencia económica y fiabilidad como posible procedimiento industrial son dudosas.

35 En el documento de patente 11 se describe un procedimiento para la descomposición térmica continua de un carbamato, tal como, un diuretano alicíclico en forma de 5-(etoxicarbonilamino)-1-(etoxicarbonilaminometil)-1,3,3-trimetilciclohexano, suministrado a lo largo de la superficie interior de un recipiente de reacción tubular en forma líquida en presencia de un disolvente de alto punto de ebullición. Este procedimiento tiene las desventajas de bajo rendimiento y baja selectividad durante la producción de un diisocianato alifático (cíclico). Además, no hay ninguna descripción de un procedimiento continuo que acompañe a la recuperación de carbamato reunido o parcialmente  
40 descompuesto, y tampoco se menciona el tratamiento posterior del disolvente que contiene subproductos y catalizador.

45 Por otra parte, la descripción del documento de patente 12, por ejemplo, se refiere a un procedimiento de circulación para la producción de diisocianato alifático (cíclico) mediante la conversión de una diamina correspondiente en un éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido, seguido de la descomposición térmica de este éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido como ejemplo de un procedimiento para llevar a cabo la descomposición térmica de un éster del ácido carbámico N-sustituido sin necesidad de utilizar un disolvente. Este procedimiento minimiza la disminución del rendimiento mediante la recirculación del producto de una etapa de descomposición del éster del ácido carbámico N-sustituido a una etapa de formación del ácido -O-alquilo-carbámico N-sustituido tras la reacción  
50 con alcohol. Los subproductos que no pueden recircularse se eliminan mediante separación por destilación de una mezcla de reacción de la etapa de formación de éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido. En este caso, se forman residuos sin valor en forma de productos de la parte inferior, mientras que todos los componentes de punto de ebullición comparativamente bajo, incluyendo éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido, se eliminan de la parte superior de la columna. Sin embargo, este procedimiento tiene la desventaja de utilizar una gran cantidad de energía. Esto se debe a que es necesario que todo el éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido se evapore en presencia de un catalizador, y este éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido también debe evaporarse a un nivel de temperatura dentro de un intervalo de la temperatura de descomposición del éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido. Los grupos isocianato formados en productos útiles reaccionan con grupos éster del ácido carbámico residuales, lo que con frecuencia da lugar a la formación de subproductos de peso molecular comparativamente alto que causan una reducción en el rendimiento, de modo que se sigue sin resolver el problema  
60 de la adhesión y la solidificación de los polímeros al recipiente de reacción.

Además, según la descripción del documento de patente 13, se da a conocer un procedimiento por el que los subproductos sin valor se eliminan parcialmente antes de llevar a cabo la descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido. La desventaja de este procedimiento es que el rendimiento de isocianato disminuye como resultado de que el éster del ácido carbámico N-sustituido está contenido en los subproductos eliminados

parcialmente. Además, puesto que los compuestos poliméricos se forman y se adhieren al recipiente de reacción como resultado del calentamiento de los subproductos restantes en el recipiente de reacción sin descargarse del recipiente de reacción, el problema de la adhesión y la solidificación de polímeros en el recipiente de reacción permanece sin resolver y la operación continua a largo plazo es difícil.

5 Como se ha descrito anteriormente, se han desarrollado un procedimiento para la descomposición térmica de un éster -O-arílico del ácido carbámico no N-sustituido contenido en una solución de reacción de una etapa de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido para obtener un compuesto hidroxilado aromático y ácido isocianico, reabsorción del ácido isocianico formado mediante descomposición en el compuesto hidroxilado aromático, y recuperación de un compuesto del ácido -O-arilo carbámico no N-sustituido mediante reacción con el compuesto hidroxilado aromático (véase el documento de patente 9) y un procedimiento para purificar mediante cristalización (véase el documento de patente 14), como se ha descrito anteriormente para resolver los problemas. Sin embargo, en el caso primer procedimiento, es difícil reducir adecuadamente la cantidad de compuesto del ácido -O-arilo carbámico no N-sustituido en la solución de reacción de la etapa de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido. Además, en este último procedimiento que también emplea cristalización, es difícil cristalizar de forma selectiva compuestos que tienen una estructura similar con un rendimiento alto, mientras que también se produce el problema de consumir energía para separar una solución sólida y recuperar el disolvente de cristalización. Además, se ha dado a conocer un procedimiento para la eliminación de la urea y los derivados del ácido carbónico de una solución de reacción de una etapa de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido con más facilidad, en la que se hacen reaccionar un compuesto de amina, urea y alcohol, se introduce la solución resultante de éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido en una columna de destilación, y la urea y el éster del ácido carbónico se recuperan de la columna de destilación (véase el documento de patente 15). Sin embargo, debido al punto de ebullición bajo del alcohol utilizado, hay limitaciones en lo que respecta a la temperatura fijada y a la presión fijada de la columna de destilación, reduciendo de este modo la cantidad de urea en la solución de éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido, mientras que el efecto de inhibir la formación de subproductos no está necesariamente claro.

Por ejemplo, en el documento de patente 16 se describe que, cuando se somete un O-alquiluretano obtenido mediante la reacción de éster del ácido carbónico y amina orgánica a la descomposición térmica en presencia de un compuesto hidroxilado aromático, también hay una cantidad ínfima de derivados del ácido carbónico presente. En este contexto, el efecto de los derivados del ácido carbónico es mejorar la estabilidad térmica del compuesto hidroxilado aromático y no se pretende que tengan un efecto en un éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido o un isocianato formado durante la descomposición térmica. Además, no hay descripción alguna con respecto a un efecto sobre el éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido. Además, aunque en el documento de patente 15 se describe una composición para la transferencia y el almacenamiento de éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido que mantiene la estabilidad del mismo mediante la inhibición de una reacción de desnaturalización térmica de éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido, así como un procedimiento de producción de isocianato que utiliza dicha composición, no hay mención alguna de urea o de compuestos de urea residuales como se ha descrito anteriormente en dicha composición, y tampoco se menciona el éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido.

En el documento de patente 17 se da a conocer un procedimiento para la producción de O-ariluretano alifático, con lo cual se hace reaccionar una amina primaria alifática con un compuesto hidroxilado aromático y urea en 150 a 280°C. La reacción se lleva a cabo mientras se elimina del sistema de reacción el subproducto amoníaco de una manera que mantiene la concentración de amoníaco a  $\leq 2\%$  en peso. La cantidad entre el grupo hidroxilo del compuesto hidroxilado aromático se mantiene a  $\geq 1$  mol y la de urea se mantiene a  $\geq 0,5$  moles basado en 1 mol entre el grupo amino de la amina primaria alifática.

Documento de patente 1: Patente de Estados Unidos no. 4297501  
Documento de patente 2: Patente de Estados Unidos no. 3873553  
Documento de patente 3: Patente de Estados Unidos no. 2677698  
Documento de patente 4: Patente de Estados Unidos no. 4713476  
Documento de patente 5: Solicitud de patente europea no. 0568782  
Documento de patente 6: Solicitud de patente europea no.0657420  
Documento de patente 7: Patente de Estados Unidos no. 4925971  
Documento de patente 8: Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública no. H4-164060  
Documento de patente 9: Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública no. H7-157463  
Documento de patente 10: Patente de Estados Unidos no. 4388246  
Documento de patente 11: Patente de Estados Unidos no. 4692550  
Documento de patente 12: Solicitud de patente europea no. 0355443  
Documento de patente 13: patente japonesa No. 3382289  
Documento de patente 14: patente japonesa No. 2-804-232  
Documento de patente 15: Documento WO 2008/120645  
Documento de patente 16: Documento WO 2008/084824  
Documento de patente 17: Documento JP 2 000759

Documento no de patente 1: Berichte der Deutechen Chemischen Gesellschaft, Vol. 3, pág. 653, 1870

Documento no de patente 2: Berichte der Deutechen Chemischen Gesellschaft, Vol. 3, pág. 649, 1870

Documento no de patente 3: Journal of American Chemical Society, Vol. 81, pág. 2138.1959

Documento no de patente 4: O. Bayer, Das Diisocyanat-Polyaditions Verfahren, pág. 12, 1963

5 Documento no de patente 5: Journal of Synthetic Organic Chemistry, Japón, Vol. 20, No. 11, pág. 1003, 1962

Características de la invención

Problemas que ha de resolver la invención

10 De esta manera, los problemas que implican la formación de polímeros de urea y compuestos derivados de urea residuales y la adhesión de estos polímeros al recipiente de reacción aún no se han resuelto en la producción de isocianatos mediante descomposición térmica de un ésteres del ácido carbámico N-sustituido y, en particular, compuestos ácido de O-arilo-carbámico N-sustituido.

15 Además, también se ha determinado que la urea y los derivados del ácido carbónico, que se utilizan en exceso durante la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido, causan otros problemas también.

20 En los procedimientos de producción de ésteres -O-alquílicos del ácido carbámico N-sustituido o ésteres -O-arílicos del ácido carbámico N-sustituido que utilizan urea y derivados del ácido carbónico, el amoniaco formado como subproducto debe extraerse fuera del sistema a fin de aumentar el rendimiento del éster del ácido carbámico N-sustituido (véase, por ejemplo, el documento de patente 7). En muchos casos, el subproducto amoniaco se elimina del sistema proporcionando una línea para la descarga de amoniaco en el recipiente de reacción para producir el éster del ácido carbámico N-sustituido. La urea y los derivados del ácido carbónico mismos sufren una  
25 reacción de descomposición térmica como se ha descrito anteriormente y se les ha implicado en la formación de polímeros debido a la formación del ácido isocianico y a que el ácido isocianico forma biurets. Aunque la mayoría de estos compuestos derivados de urea y derivados del ácido carbónico se condensa y vuelve al sistema de reacción junto con el alcohol y el compuesto hidroxilado aromático, una parte de los mismos se puede descargar como componentes gaseosos junto con el subproducto amoniaco. Cuando la operación se lleva a cabo durante un periodo  
30 de tiempo prolongado, estos compuestos se adhieren y se acumulan en las paredes interiores de la línea de descarga de amoniaco, y se ha determinado que producen obstrucción de la línea de descarga de amoniaco.

35 Sin embargo, no hay ejemplos en la materia anterior, como se ha descrito anteriormente, de un examen de los medios para resolver el problema de la obstrucción de la línea de descarga de amoniaco y todavía debe establecerse la tecnología que permita el funcionamiento a largo plazo del equipo de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido.

40 De esta manera, todavía hay numerosos problemas que implican la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido para su utilización como precursor de isocianato y la producción de isocianatos, y, puesto que todavía debe establecerse un procedimiento que sirva como alternativa al procedimiento del fosgeno, hay un fuerte deseo de resolución de estos problemas.

45 Tal como, se ha descrito anteriormente, se han propuesto diversos procedimientos para la producción de ésteres -O-alquílicos del ácido carbámico N-sustituido o ésteres del ácido -O-arilo carbámico N-sustituido que utilizan urea o derivados del ácido carbónico. Hay muchos casos en los que la urea o derivados del ácido carbónico añadidos en exceso para obtener ésteres del ácido carbámico N-sustituido con un rendimiento alto en estos procedimientos causan la formación de polímeros y similares, como se ha descrito anteriormente, que, a su vez se adhieren al recipiente de reacción y solidifican en el mismo.

50 Además, también hubo muchos casos en los que los polímeros formados por reacciones secundarias y exceso de urea o derivados del ácido carbónico formaron adicionalmente diferentes tipos de polímeros debido a la aparición de reacciones secundarias con isocianato, tal como, se ha descrito anteriormente, durante la producción de isocianato mediante una reacción de descomposición térmica de éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido o éster  
55 -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido, lo que da lugar al problema de estos polímeros, que también se adhieren al recipiente de reacción y solidifican en el mismo. Además, también existía el problema de los aumentos de las cantidades de urea, derivados del ácido carbónico y aminos utilizadas debido a la formación de estos polímeros. Sin embargo, no hay descripciones de procedimientos de recuperación y reutilización eficientes del exceso de urea y derivados del ácido carbónico, y no se han podido evitar los incrementos de la cantidad de urea o derivados del ácido carbónico utilizadas.

60 Aunque en el caso de la producción de éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido o éster O-arílico del ácido carbámico N-sustituido utilizando urea y derivados del ácido carbónico se forma amoniaco como subproducto, también hay problemas con la descarga de este amoniaco. Con el fin de aumentar el rendimiento de éster  
65 -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido o éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido, aunque subproducto amoniaco con frecuencia se descarga proporcionando una línea para la descarga de amoniaco en el recipiente de reacción para la producción del éster del ácido carbámico N-sustituido, había muchos casos en los que

los sólidos se adhirieron a las paredes interiores de la línea de descarga de amoníaco y se solidificaron a las mismas, perjudicando de este modo el funcionamiento a largo plazo.

Un objetivo de la presente invención es dar a conocer un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido, un procedimiento para producir isocianato mediante descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido y una composición para la transferencia y el almacenamiento éster del ácido carbámico N-sustituido, que comprende un éster del ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilado aromático que sea adecuado para la transferencia y el almacenamiento del éster del ácido carbámico N-sustituido, y, en particular, éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido, así como adecuado para la producción de isocianato.

Medios para resolver los problemas

Por tanto, como resultado de realizar exhaustivos estudios sobre los problemas mencionados anteriormente, los inventores de la presente invención descubrieron que los problemas se resuelven mediante un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido a partir de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada, en el que la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada se lleva a cabo utilizando un recipiente de reacción equipado con un condensador, se hace que el número entre grupos carbonilo contenidos en compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco recuperado como un gas procedente del condensador sea una cantidad específica o menos, y el derivado del ácido carbónico recuperado se reutiliza en la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido; un procedimiento para producir un isocianato mediante una reacción de descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido producido por el procedimiento descrito anteriormente; y una composición específica que contiene un éster del ácido carbámico N-sustituido y una composición hidroxilada aromática, lo que conduce a la realización de la presente invención.

Concretamente, en un primer aspecto de la misma, la presente invención da a conocer lo siguiente:

[1] Un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido derivado de una amina orgánica a partir de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada que contiene uno o más tipos de compuestos hidroxilados, en el que la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición de hidroxilada se hacen reaccionar utilizando un recipiente de reacción de producción de uretano provisto de un condensador, un gas que contiene la composición de hidroxilo, un compuesto que tiene un grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico, y amoníaco formado como subproducto en la reacción, se introduce en el condensador dispuesto en el recipiente de reacción de producción de uretano, y la composición hidroxilada y el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico se condensan, y en el que una relación estequiométrica de un compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensada respecto al compuesto condensado que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico es 1 o más, y

una relación del número entre grupos carbonilo (-C(=O)-) contenidos en el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico y el número de moléculas de amoníaco contenidas en el amoníaco recuperado como un gas procedente del condensador es 1 o menos.

[2] El procedimiento de producción, según el punto [1] anterior, en el que el compuesto hidroxilado es un alcohol o un compuesto hidroxilado aromático.

[3] El procedimiento de producción, según el punto [1] anterior, en el que la composición hidroxilada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico que se han condensado mediante el condensador se vuelve a utilizar en la reacción.

[4] El procedimiento de producción, según el punto [1] anterior, en el que la composición hidroxilada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico que se han condensado mediante el condensador se hacen circular dentro del recipiente de reacción de producción de uretano.

[5] El procedimiento de producción, según el punto [1] anterior, en el que el derivado del ácido carbónico es urea y/o éster del ácido carbámico.

[6] El procedimiento de producción, según el punto [1] anterior, en el que el éster del ácido carbámico N-sustituido se produce mediante un procedimiento que comprende las siguientes etapas (a) y (b):

etapa (a): una etapa de obtención de una mezcla de reacción que contiene un compuesto que tiene un grupo ureido mediante reacción de la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico; y

etapa (b): una etapa de producción del éster del ácido carbámico N-sustituido mediante reacción del compuesto que tiene el grupo ureido, que se obtiene en la etapa (a), y la composición hidroxilada utilizando el recipiente de reacción de producción de uretano proporcionado con el condensador,

en la que un gas que contiene la composición de hidroxilo, el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico, y un amoníaco producido como subproducto en la reacción, se introduce en el condensador dispuesto en el recipiente de reacción de producción de uretano, y la composición hidroxilada y el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico se condensan.

[7] El procedimiento de producción, según el punto [6] anterior, en el que el compuesto hidroxilado es un alcohol o

un compuesto hidroxilado aromático.

[8] El procedimiento de producción, según el punto [6] anterior, en el que el derivado del ácido carbónico de la etapa (a) es urea y/o éster del ácido carbámico.

5 [9] El procedimiento de producción, según el punto [6] anterior, en el que la reacción de la etapa (a) se lleva a cabo en presencia de, como mínimo, un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en agua, un alcohol y un compuesto hidroxilado aromático.

[10] El procedimiento de producción, según el punto [6] anterior, en el que la composición hidroxilada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico que se han condensado mediante el condensador en la etapa (b) se vuelve a utilizar en la reacción de la etapa (a).

10 [11] El procedimiento de producción, según los puntos [5] o [8] anteriores, en el que el éster del ácido carbámico es un éster del ácido carbámico producido según la etapa (c) siguiente:

etapa (c): una etapa de producir el éster del ácido carbámico mediante reacción de una composición hidroxilada c (en la que la composición hidroxilada c representa una composición que comprende uno o más tipos de compuestos hidroxilados) y urea.

15 [12] El procedimiento de producción, según el punto [11] anterior, en el que el compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada c es un alcohol y/o un compuesto hidroxilado aromático.

[13] El procedimiento de producción, según los puntos [1] o [6] anteriores, en el que la composición hidroxilada condensada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del éster del ácido carbámico se vuelve a utilizar en la etapa (c).

20 En un segundo aspecto de la misma, la presente invención también da a conocer:

[14] Un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido a partir de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada que contiene uno o más tipos de compuestos hidroxilados, comprendiendo el procedimiento las etapas siguientes (a) y (b):

25 etapa (a): una etapa de obtención de una mezcla de reacción que contiene un compuesto que tiene un grupo ureido mediante reacción de la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico; y

etapa (b): una etapa de producción del éster del ácido carbámico N-sustituido mediante reacción del compuesto que tiene el grupo ureido, que se obtiene en la etapa (a), y la composición hidroxilada utilizando un recipiente de reacción de producción de uretano provisto de un condensador,

30 en la que un gas que contiene la composición de hidroxilo, el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico, y un amoníaco producido como subproducto en la reacción, se introduce en el condensador dispuesto en el recipiente de reacción de producción de uretano, y una composición hidroxilada y el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico se condensan.

35 [15] El procedimiento de producción, según el punto [14] anterior, en el que el compuesto hidroxilado es un alcohol y/o un compuesto hidroxilado aromático.

[16] El procedimiento de producción, según el punto [14] anterior, en el que el derivado del ácido carbónico de la etapa (a) es urea y/o éster del ácido carbámico.

40 [17] El procedimiento de producción, según el punto [14] anterior, en el que la reacción de la etapa (a) se lleva a cabo en presencia de, como mínimo, un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en agua, un alcohol y un compuesto hidroxilado aromático.

[18] El procedimiento de producción, según el punto [14] anterior, en el que la composición hidroxilada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico que se han condensado mediante el condensador en la etapa (b) se vuelve a utilizar en la etapa (a).

45 [19] El procedimiento de producción, según el punto [16] anterior, en el que el éster del ácido carbámico es un éster del ácido carbámico producido según la etapa (c) siguiente:

etapa (c): una etapa de producir el éster del ácido carbámico mediante la reacción de la composición hidroxilada c y urea.

50 [20] El procedimiento de producción, según el punto [19] anterior, en el que un compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada c es un alcohol y/o un compuesto hidroxilado aromático.

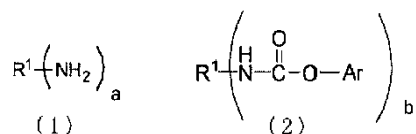
[21] El procedimiento de producción, según el punto [19] anterior, en el que la composición hidroxilada condensada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del éster del ácido carbónico se vuelve a utilizar en la etapa (c).

55 [22] El procedimiento de producción, según los puntos [1] o [14] anteriores, en el que el recipiente de reacción de producción de uretano es un recipiente de reacción de tipo tanque y/o de tipo columna provisto de un condensador.

[23] El procedimiento de producción, según los puntos [1] o [14] anteriores, en el que el recipiente de reacción de producción de uretano tiene una fase gaseosa que contiene la composición hidroxilada, el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico y el amoníaco formado como subproducto en la reacción y una fase líquida en el que se lleva a cabo la reacción, y el contenido volumétrico de la fase líquida en el recipiente de reacción de producción de uretano es el 50% o menos.

60 [24] El procedimiento de producción, según uno cualquiera de los puntos [2], [7] o [15] anteriores, en el que el compuesto hidroxilado es un compuesto hidroxilado aromático, la amina orgánica es un compuesto representado por la siguiente fórmula (1) y el éster del ácido carbámico N-sustituido producido es un éster O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (2) siguiente:

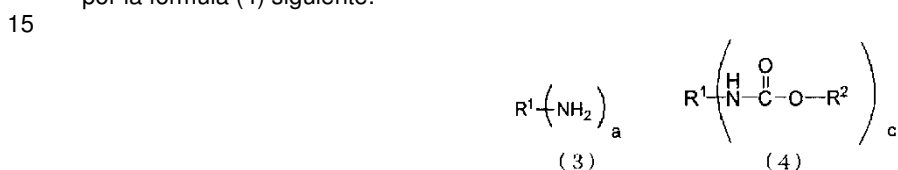
65



(en la que

- 5 R<sup>1</sup> representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con un grupo amino, Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha eliminado un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto hidroxilado aromático, a representa un número entero de 1 a 10; y b representa un número entero de 1 a a).

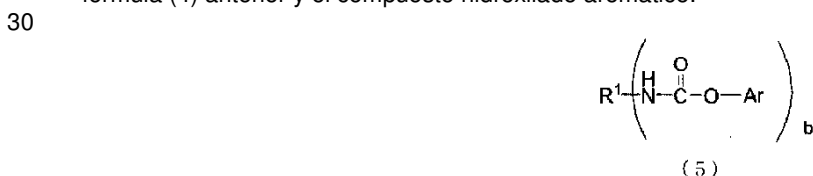
10 [25] El procedimiento de producción, según uno cualquiera de los puntos [2], [7] o [15] anteriores, en el que el compuesto hidroxilado es un alcohol, la amina orgánica es un compuesto representado por la siguiente fórmula (3) y el éster del ácido carbámico N-sustituido producido es un éster del ácido -O-R<sup>2</sup> carbámico N-sustituido representado por la fórmula (4) siguiente:



(en la que

- 20 R<sup>1</sup> representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con un grupo amino, R<sup>2</sup> representa un grupo derivado de un alcohol que es un residuo en el que se ha eliminado del alcohol un único grupo hidroxilo unido a un átomo de carbono saturado del alcohol, a representa un número entero de 1 a 10; y c representa un número entero de 1 a a).

25 [26] El procedimiento de producción, según el punto [25] anterior, en el que un éster O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (5) siguiente y que tiene un grupo éster derivado del compuesto hidroxilado aromático se produce haciendo reaccionar el éster del ácido -O-R<sup>2</sup> carbámico N-sustituido representado por la fórmula (4) anterior y el compuesto hidroxilado aromático:



(en la que

- 35 R<sup>1</sup> representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con un grupo amino, Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha eliminado del compuesto hidroxilado aromático un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto hidroxilado aromático, y b representa un número entero de 1 a a (en el que a es el mismo que se ha definido en la fórmula (3) anterior, representa un número entero de 1 a 10)).

40 Además, en un tercer aspecto de la misma, la presente invención da a conocer lo siguiente:

45 [27] Una composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster O-Ar del ácido carbámico N-sustituido que comprende el éster O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (6) siguiente y una composición hidroxilada aromática que contiene uno o más tipos de compuestos hidroxilados aromáticos, en los que una relación del número de moléculas del compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática (B) y el número entre grupos éster que componen el éster O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (A) está dentro de un intervalo de 1 a 100:



50

(en la que

5  $R^1$  representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con un grupo amino,  
 Ar representa un residuo en el que se ha eliminado del compuesto hidroxilado aromático un único grupo hidroxilo  
 unido a un anillo aromático (y el compuesto hidroxilado aromático puede ser el mismo o diferente del compuesto  
 hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática), y  
 d representa un número entero de 1 a 10).

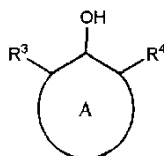
10 [28] La composición para la transferencia y el almacenamiento, según el punto [27] anterior, en la que el éster O-Ar  
 del ácido carbámico N-sustituido es un éster O-Ar del ácido carbámico N-sustituido producido a partir de la amina  
 orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada aromática, y la composición para la  
 transferencia y el almacenamiento es una composición que contiene, como mínimo, un tipo de compuesto que es  
 15 urea y/o éster del ácido carbámico y/o biuret y/o compuesto que tiene un grupo biuret terminal,  
 (-NH-(C=O)-NH-(C=O)-NH<sub>2</sub>), se deriva de una amina orgánica y se forma en una reacción de la amina orgánica, el  
 derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada aromática.

[29] La composición para la transferencia y el almacenamiento, según el punto [27] anterior, en la que la  
 composición para la transferencia y el almacenamiento contiene un éster del ácido carbónico derivado de la  
 20 composición hidroxilada aromática.

Adicionalmente, en un aspecto preferente de la misma, la presente invención da a conocer lo siguiente:

25 [30] El procedimiento de producción, según los puntos [24] o [26] anteriores, en el que el compuesto hidroxilado  
 aromático es un compuesto hidroxilado aromático de monovalente a trivalente (en concreto, el número entre grupos  
 hidroxilo unidos al anillo aromático es un número entero de 1 a 3).

[31] El procedimiento de producción, según el punto [30] anterior, en el que el compuesto hidroxilado aromático es  
 un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (7) siguiente:

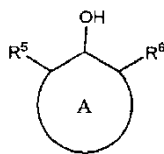


(7)

30 (en la que

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido,  
 35  $R^3$  y  $R^4$  representan, respectiva e independientemente, un átomo de hidrógeno o un grupo orgánico,  
 el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50,  
 y  
 $R^3$  y  $R^4$  pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A).

40 [32] El procedimiento de producción, según el punto [31] anterior, en el que, como mínimo, uno de los compuestos  
 hidroxilados aromáticos que componen la composición hidroxilada es un compuesto hidroxilado aromático  
 representado por la fórmula (8) siguiente:



(8)

45 (en la que

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido,  
 50  $R^5$  y  $R^6$  representan, respectiva e independientemente, cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante,  
 el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50,  
 y  
 $R^5$  y  $R^6$  pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A:

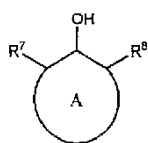
(i) un átomo de hidrógeno,  
 (ii) un átomo de halógeno,  
 (iii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de  
 55 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo el hidrógeno unido al átomo de nitrógeno en posición  $\alpha$ ),  
 siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno secundario (es decir, un átomo de nitrógeno que forma un

enlace -NH-),

(iv) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario o secundario (es decir, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace -CH<sub>2</sub>-), a condición de que en el caso del R<sup>5</sup> y/o R<sup>6</sup> forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo aromático A y el anillo condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y en el caso del carbono en la posición  $\alpha$  forma un doble enlace o triple enlace con un átomo en posición  $\beta$  (átomo que forma R<sup>5</sup> y R<sup>6</sup> y que también es adyacente a un átomo unido al anillo aromático del anillo A), así, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y

(v) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo).

[33] El procedimiento de producción según el punto [32] anterior, en el que la composición hidroxilada contiene un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (8) anterior junto con un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (9) siguiente:



(9)

(en la que

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido, R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup> representan, respectiva e independientemente, cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50,

y R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup> pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A:

(i) un átomo de hidrógeno,

(ii) un átomo de halógeno,

(iii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno terciario (es decir, un átomo de nitrógeno que no tiene un átomo de hidrógeno),

(iv) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  un átomo de carbono terciario o cuaternario (a saber, un átomo de carbono que forma un enlace -CH- o un átomo de carbono no unido a hidrógeno); cuando R<sup>7</sup> y/o R<sup>8</sup> forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono primario o secundario (es decir, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace -CH<sub>2</sub>-); cuando el carbono en la posición  $\alpha$  forma un doble enlace con un átomo en posición  $\beta$ , el carbono en posición  $\alpha$  es carbono cuaternario; y los grupos en los que el carbono en posición  $\alpha$  forma un enlace triple con un átomo en posición  $\beta$  están excluidos, y

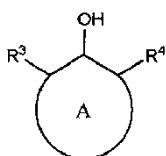
(v) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo).

[34] El procedimiento de producción, según cualquiera de los puntos [31], [32] o [33] anteriores, en el que un punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (7), la fórmula (8) o la fórmula (9) difiere en 10°C o más desde el punto de ebullición estándar de un isocianato en el que todos los grupos amino de la amina orgánica están N-sustituidos con grupos isocianato (grupos -NCO).

Adicionalmente, en un primer aspecto preferente de la misma, la presente invención da a conocer lo siguiente:

[35] La composición, según el punto [27] anterior, en la que el compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática es un compuesto hidroxilado aromático de monovalente a trivalente (a saber, el número entre grupos hidroxí unidos al anillo aromático es un número entero de 1 a 3).

[36] La composición, según el punto [35] anterior, en la que el compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática es un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (7) siguiente:



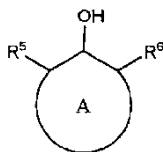
(7)



(en la que

- 5 el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido,  $R^3$  y  $R^4$  representan, respectiva e independientemente, un átomo de hidrógeno o un grupo orgánico, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50, y  $R^3$  y  $R^4$  pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A).

- 10 [37] La composición, según el punto [36] anterior, en la que, como mínimo, uno de los compuestos hidroxilados aromáticos que componen la composición hidroxilada aromática es un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (8) siguiente:

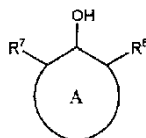


(8)

- 15 (en la que el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido,  $R^5$  y  $R^6$  representan, respectiva e independientemente, cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50, y  $R^5$  y  $R^6$  pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A:

- (i) un átomo de hidrógeno,  
 (ii) un átomo de halógeno,  
 25 (iii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo el hidrógeno unido al átomo de nitrógeno en posición  $\alpha$ ), siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno secundario (es decir, un átomo de nitrógeno que forma un enlace -NH-),  
 (iv) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario o secundario (es decir, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace -CH<sub>2</sub>-), a condición de que en el caso del  $R^5$  y/o  $R^6$  forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo aromático A y el anillo condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y en el caso del carbono en la posición  $\alpha$  forma un doble enlace o triple enlace con un átomo en posición  $\beta$  (átomo que forma  $R^5$  y  $R^6$  y que también es adyacente a un átomo unido al anillo aromático del anillo A), así, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y  
 35 (v) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo).

- 40 [38] La composición según el punto [37] anterior, en la que la composición hidroxilada aromática contiene un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (8) anterior junto con un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (9) siguiente:



(9)

- 45 (en la que el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido,  $R^7$  y  $R^8$  representan, respectiva e independientemente, cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50, y  $R^7$  y  $R^8$  pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A:

- (i) un átomo de hidrógeno,  
 (ii) un átomo de halógeno,  
 55 (iii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno terciario (es decir,

un átomo de nitrógeno que no tiene un átomo de hidrógeno),

(iv) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  un átomo de carbono terciario o cuaternario (a saber, un átomo de carbono que forma un enlace -CH- o un átomo de carbono no unido a hidrógeno); cuando  $R^7$  y/o  $R^8$  forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono primario o secundario (es decir, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace -CH<sub>2</sub>-); cuando el carbono en la posición  $\alpha$  forma un doble enlace con un átomo en posición  $\beta$ , el carbono en posición  $\alpha$  es carbono cuaternario; y los grupos en los que el carbono en posición  $\alpha$  forma un enlace triple con un átomo en posición  $\beta$  están excluidos, y

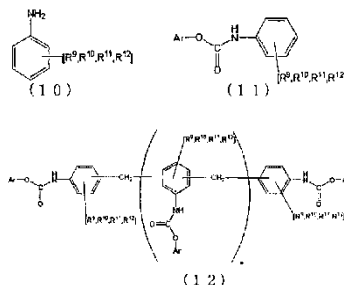
(v) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo).

[39] La composición, según cualquiera de los puntos [36], [37] o [38] anteriores, en la que un punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (7), la fórmula (8) o la fórmula (9) difiere en 10°C o más desde el punto de ebullición estándar de un isocianato en el que todos los grupos amino de la amina orgánica están N-sustituídos con grupos isocianato (grupos -NCO).

Adicionalmente, en un primer aspecto preferente de la misma, la presente invención da a conocer lo siguiente:

[40] El procedimiento de producción, según los puntos [24] o [26] anteriores, en el que la amina orgánica es una monoamina orgánica representada por la fórmula (10) siguiente, se obtiene el mono(éster -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído representado por la fórmula (14) siguiente y se utiliza el mono(éster -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído para obtener el poli(éster -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído representado por la fórmula (12) siguiente mediante la realización de la siguiente etapa (X):

etapa (X): el mono(éster -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído y un agente de metilación se hacen reaccionar para reticular los grupos aromáticos derivados de la monoamina orgánica contenida en el mono(éster -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído con grupos metileno (-CH<sub>2</sub>-) con el fin de obtener el poli(éster -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído representado por la fórmula (12) siguiente:



(en la que

Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha eliminado un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto hidroxilado aromático,  $R^9$  a  $R^{12}$  pueden sustituir, respectiva e independientemente, el anillo aromático,  $R^9$  a  $R^{12}$  pueden unirse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático y representan un átomo de hidrógeno o un grupo compuesto por grupos en los que un grupo alquilo, grupo cicloalquilo, grupo arilo o grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está unido por enlaces hidrocarbonados saturados y/o enlaces éter,

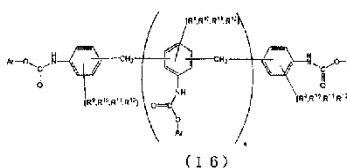
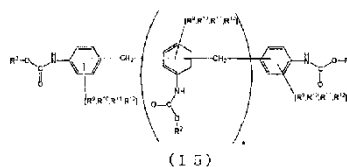
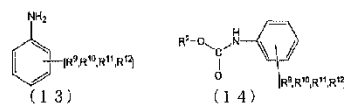
e representa 0 o un número entero positivo, y un número total de átomos de carbono que componen la monoamina orgánica representada por la fórmula (10) es un número entero de 6 a 50).

[41] El procedimiento de producción, según el punto [25] anterior, en el que la amina orgánica es una monoamina orgánica representada por la fórmula (13) siguiente, se obtiene el mono(éster -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituído representado por la fórmula (14) siguiente y se utiliza el mono(éster -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituído para obtener el poli(éster -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído representado por la fórmula (16) siguiente mediante la realización de la siguientes etapas (X) e (Y):

etapa (X): el mono(éster -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituído y un agente de metilación se hacen reaccionar para reticular los grupos aromáticos derivados de la monoamina orgánica contenida en el mono(éster -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituído con grupos metileno (-CH<sub>2</sub>-) con el fin de obtener el poli(éster -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituído representado por la fórmula (15) siguiente; y

etapa (Y): el poli(éster -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido producido en la etapa (X) se hace reaccionar con un compuesto hidroxilado aromático para producir un poli éster -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido que tienen grupos éster derivados del compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (16) siguiente:

5



10

(en la que

R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> pueden sustituir, respectiva e independientemente, el anillo aromático, R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> pueden unirse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático y representan átomos de hidrógeno o grupos compuestos por grupos en los que un grupo alquilo, grupo cicloalquilo, grupo arilo o grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está unido por enlaces hidrocarbonados saturados y/o enlaces éter,

15

R<sup>2</sup> representa un grupo derivado de un alcohol que es un residuo en el que se ha eliminado del alcohol un único grupo hidroxilo unido a un átomo de carbono saturado del alcohol,

20

Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha eliminado del compuesto hidroxilado aromático un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto hidroxilado aromático;

e representa 0 o un número entero positivo, y

un número total de átomos de carbono que componen la monoamina orgánica representada por la fórmula (13) es un número entero de 6 a 50).

25

Adicionalmente, en un cuarto aspecto de la misma, la presente invención da a conocer:

[42] Un procedimiento de producción de isocianato, que comprende: la recuperación de un isocianato y un compuesto hidroxilado aromático que se forma sometiendo el éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, según cualquiera de los puntos [24], [26], [40] y [41] anteriores, a una reacción de descomposición térmica.

30

[43] Un procedimiento de producción de isocianato, que comprende: la recuperación de un isocianato y un compuesto hidroxilado aromático que se forman mediante la transferencia de la composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, según cualquiera de los puntos [27] a [29] anteriores, a un recipiente de reacción de descomposición térmica y sometiendo el éster del ácido carbámico N-sustituido a una reacción de descomposición térmica.

35

[44] El procedimiento de producción, según los puntos [42] o [43] anteriores, en el que el compuesto hidroxilado aromático recuperado, según los puntos [42] o [43] anteriores, se reutiliza como el compuesto hidroxilado aromático, según el punto [2] anterior y/o el compuesto hidroxilado aromático, según el punto [7] anterior, y/o el compuesto hidroxilado aromático, según el punto [9] anterior, y/o el compuesto hidroxilado aromático, según el punto [12] anterior, y o el compuesto hidroxilado/aromático, según el punto [15] anterior, y/o el compuesto hidroxilado aromático, según el punto [17] anterior, y/o el compuesto hidroxilado aromático según el punto [20] anterior.

40

[45] El procedimiento de producción, según los puntos [42] o [43] anteriores, en el que un líquido residual que contiene un éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido recuperado de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica se transfiere de nuevo al recipiente de reacción de descomposición térmica y éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se somete a una reacción de descomposición térmica.

45

[46] El procedimiento de producción, según los puntos [42] o [43] anteriores, en el que el isocianato producido en el procedimiento de producción según los puntos [42] o [43] anteriores contiene de 1 a 1.000 ppm del compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática basada en el isocianato.

50

[47] El procedimiento de producción, según cualquiera de los puntos [1], [11], [14] o [19] anteriores, en el que el amoníaco recuperado en forma de un gas se hace reaccionar con dióxido de carbono para producir urea y la urea se reutiliza.

## Efectos ventajosos de la invención

Según la presente invención, el éster del ácido carbámico N-sustituido se puede producir ventajosamente en términos de unidades básicas de urea. Además, el éster del ácido carbámico N-sustituido se puede utilizar, preferentemente, como una materia prima de producción de isocianato.

Además, según la presente invención, la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido puede realizarse durante un largo período de tiempo al ser capaz de evitar la adherencia y la acumulación de subproductos poliméricos al recipiente de reacción durante la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido, así como la obstrucción desde una línea para la descarga de amoníaco formado como subproducto durante la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido.

## Descripción de los dibujos

- La figura 1 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido según la etapa (A);  
 La figura 2 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido que comprende la etapa (a) y la etapa (b);  
 La figura 3 muestra un dibujo conceptual que representa la manipulación de los componentes gaseosos relativos a un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido en la presente realización;  
 La figura 4 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de reutilización de los componentes condensados.  
 La figura 5 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente invención en forma de un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición hidroxilada aromática que contiene un compuesto hidroxilado aromático activo y un compuesto hidroxilado aromático inactivo;  
 La figura 6 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (a);  
 La figura 7 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (c);  
 La figura 8 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (b) para la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido mediante reacción de un compuesto que tiene grupos ureido obtenidos en la etapa (a) y una composición hidroxilada;  
 La figura 9 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición hidroxilada aromática que contiene un compuesto hidroxilado aromático activo y un compuesto hidroxilado aromático inactivo;  
 La figura 10 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (Y) y la reutilización de un alcohol formado en la etapa (Y);  
 La figura 11 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de una etapa de síntesis de urea y la reutilización de la urea producida en la etapa de síntesis de urea;  
 La figura 12 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (F) y la reutilización de un compuesto hidroxilado aromático formado en la etapa (F);  
 La figura 13 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferente (I) de la presente realización;  
 La figura 14 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferente (II) de la presente realización;  
 La figura 15 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferente (III) de la presente realización;  
 La figura 16 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferente (IV) de la presente realización;  
 La figura 17 muestra un dibujo conceptual de un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (X);  
 La figura 18 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de un procedimiento para la producción de isocianato polifuncional a partir de mono(éster -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido que combina la etapa (X), la etapa (Y) y la etapa (F);  
 La figura 19 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de otro procedimiento para la producción de isocianato polifuncional a partir de mono(éster -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido que combina la etapa (X), la etapa (Y) y la etapa (F);  
 La figura 20 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferente de un procedimiento para la producción de isocianato polifuncional a partir de mono(éster -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización;  
 La figura 21 muestra un dibujo conceptual que representa un aparato de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;  
 La figura 22 muestra un dibujo conceptual que representa un aparato de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;  
 La figura 23 muestra un dibujo conceptual que representa un aparato de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;  
 La figura 24 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;  
 La figura 25 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;  
 La figura 26 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido

utilizado en un ejemplo de la presente realización;

La figura 27 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de isocianato utilizado en un ejemplo de la presente realización;

5 La figura 28 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de isocianato utilizado en un ejemplo de la presente realización;

La figura 29 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de isocianato utilizado en un ejemplo de la presente realización;

La figura 30 muestra un dibujo conceptual de un aparato de reacción de condensación de un monoéster del ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;

10 La figura 31 muestra un dibujo conceptual de un aparato de reacción de transesterificación utilizado en un ejemplo de la presente realización;

La figura 32 muestra el espectro RMN de  $^1\text{H}$  de una composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster del ácido carbámico N-sustituido de un ejemplo 84 de la presente realización;

15 La figura 33 muestra el espectro RMN de  $^1\text{H}$  de una composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster del ácido carbámico N-sustituido de un ejemplo -104- de la presente realización; y

La figura 34 muestra el espectro RMN de  $^1\text{H}$  de una composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster del ácido carbámico N-sustituido de un ejemplo 120 de la presente realización.

20 Modo para llevar a cabo la invención

A continuación se da a conocer una explicación detallada del modo de llevar a cabo la presente invención (a la que se hará referencia como "presente realización").

25 En primer lugar se dará una explicación de los compuestos utilizados en el procedimiento de producción de la presente realización y de los compuestos que componen la composición para la transferencia y el almacenamiento de la presente realización.

<Amina orgánica>

30 Una amina orgánica primaria se utiliza, preferentemente, para la amina orgánica en la presente realización. En el presente documento, una amina orgánica primaria se refiere a una "amina primaria" (monoaminas primarias y poliaminas primarias), tal como, se define en la regla C-8 de la nomenclatura (Nomenclatura de Química Orgánica de la IUPAC) estipulada por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC). Esta amina orgánica está representada por la siguiente fórmula (29). Esta regla se basa en Recomendaciones sobre Nomenclatura Orgánica y Bioquímica. De aquí en adelante, en el caso de hacer referencia a las reglas de la IUPAC en la presente solicitud,

35 así como a las reglas de nomenclatura indicadas posteriormente definidas por la IUPAC (con la excepción de los casos que citan especialmente las recomendaciones de la IUPAC de otros años), dichas referencias citan "Yukikagaku • Seikagaku Meimeihou" (Nomenclatura de Química Orgánica y Bioquímica) (2ª revisión publicada en Japón en 1992 por Nankodo Co., Ltd.), que se basa en una edición que contiene todas las reglas de la química orgánica y la bioquímica, junto con las normas de transliteración para japonés, publicado como suplemento de

40 "Campos químicos" en 1980 sobre la base de las recomendaciones de 1979, así como todas las revisiones y recomendaciones posteriores. El término "orgánico" se refiere genéricamente a un grupo de compuestos que se consideran sujetos a la nomenclatura dada a conocer en las publicaciones anteriores. Los sujetos pueden ser sujetos descritos en las recomendaciones publicadas en 1993. Sin embargo, los "compuestos orgánicos" contemplados por la nomenclatura descrita anteriormente incluyen compuestos organometálicos y complejos metálicos. En la presente realización, aunque a continuación se dan a conocer explicaciones de "orgánicos" y/o

45 "grupos orgánicos" y/o "sustituyentes" y similares, así como los compuestos utilizados en la presente realización, cuando no se indique expresamente, están compuestos por átomos que no incluyen átomos metálicos ni semimetales. Más preferentemente, "compuestos orgánicos", "grupos orgánicos" y "sustituyentes" compuestos por átomos seleccionados entre H (átomos de hidrógeno), C (átomos de carbono), N (átomos de nitrógeno), O (átomos de oxígeno), S (átomos de azufre), Cl (átomos de cloro), Br (átomos de bromo) y I (átomos de yodo) se utilizan en la presente realización.

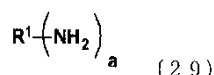
50 Además, los términos "alifático" y "aromático" se utilizan con frecuencia en las siguientes explicaciones. Según las reglas de la IUPAC mencionadas anteriormente, los compuestos orgánicos se describen como clasificados en compuestos alifáticos y compuestos aromáticos. Los compuestos alifáticos se refieren a las definiciones entre grupos de conformidad con compuestos alifáticos basados en las recomendaciones de la IUPAC de 1995. Los compuestos alifáticos se definen en estas recomendaciones como "compuestos de carbono acíclicos o cíclicos saturados o insaturados, con exclusión de los compuestos aromáticos". Además, los compuestos alifáticos utilizados

55 en la explicación de la presente realización incluyen compuestos alifáticos saturados e insaturados, así como lineales y cíclicos y se refieren a "compuestos orgánicos", "grupos orgánicos" y "sustituyentes" compuestos por átomos seleccionados entre los mencionados anteriormente de H (átomos de hidrógeno); de C (átomos de carbono); de N (átomos de nitrógeno); de O (átomos de oxígeno); de S (átomos de azufre); de Si (átomos de silicio); y átomos de halógeno seleccionados entre Cl (átomos de cloro), Br (átomos de bromo) y I (átomos de yodo).

65 Además, en el caso de un grupo aromático, tal como, un grupo aralquilo, unido a un grupo alifático, dichos grupos

frecuentemente se indican como un "grupo alifático sustituido con un grupo aromático" o "grupo compuesto por un grupo alifático unido a un grupo aromático". Esto se basa en la reactividad en la presente realización y debido a las propiedades relativas a las reacciones entre grupos en forma entre grupos aralquilo se parecen mucho a la reactividad entre grupos alifáticos y grupos no aromáticos. Además, los grupos reactivos no aromáticos que incluyen grupos tales como, grupos aralquilo y grupos alquilo con frecuencia se indican como "grupos alifáticos opcionalmente sustituidos con un grupo aromático", "grupo alifático sustituido con un grupo aromático" o "grupo alifático unido a un grupo aromático" y similares.

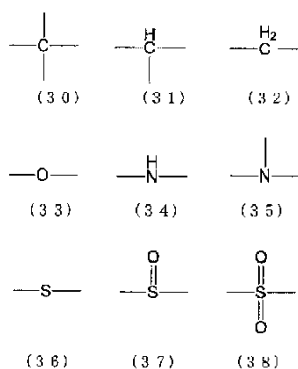
Además, aunque las definiciones según las reglas de nomenclatura estipuladas por la IUPAC tal como, se ha descrito anteriormente se utilizan a la hora de explicar fórmulas generales de los compuestos utilizados en la presente memoria descriptiva, los nombres comunes se utilizan con frecuencia para los nombres entre grupos específicos o los nombres de los compuestos enumerados como ejemplos. Además, aunque el número de átomos, el número de sustituyentes y el número de compuestos se describen con frecuencia en la presente memoria descriptiva, todos estos se representan con números enteros.



(en la que

$R^1$  representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con un grupo amino, y  $a$  representa un número entero de 1 a 10).

En la fórmula (29) anterior,  $R^1$  representa un grupo alifático, un grupo aromático o un grupo unido a un grupo alifático y un grupo aromático, y representa un grupo compuesto por un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo cíclico (tal como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo de anillo heteroreticulado o grupo heterocíclico), un grupo unido de uno o más tipos entre grupos seleccionados entre los grupos hidrocarburo acíclicos mencionados anteriormente y grupos hidrocarburo cíclicos, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están unidos a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). Además, un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) como se ha descrito anteriormente está en un estado en el que los grupos mencionados anteriormente están unidos por un enlace covalente con, por ejemplo, grupos representados por las siguientes fórmulas (30) a (38).



Entre estos grupos  $R^1$ , los grupos  $R^1$ , que pueden utilizarse preferentemente en la presente realización en consideración de menor susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias contienen grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos seleccionados entre grupos alifáticos, grupos aromáticos y grupos unidos a grupos alifáticos y grupos aromáticos (tales como, un grupo hidrocarburo monocíclico, grupo hidrocarburo policíclico condensado, grupo hidrocarburo cíclico reticulado, grupo espirohidrocarburo, grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo o grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral), y grupos unidos a, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre este grupo (grupos mutuamente sustituidos), que tienen de 1 a 85 átomos de carbono. En cuanto a la fluidez y similares, el número de átomos de carbono es, preferentemente, de 1 a 70 y, más preferentemente, de 1 a 13.

Entre los ejemplos preferentes de aminas orgánicas compuestas por el grupo  $R^1$  se pueden incluir:

1) monoaminas orgánicas primarias aromáticas opcionalmente sustituidas con grupos alifáticos y/o aromáticos en las que el grupo  $R^1$  tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el grupo  $R^1$  está

sustituido con un grupo  $\text{NH}^2$  y a es 1,

2) poliaminas orgánicas primarias aromáticas en las que el grupo  $\text{R}^1$  tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el grupo  $\text{R}^1$  está sustituido con un grupo  $\text{NH}^2$  y a es 2 o más, y

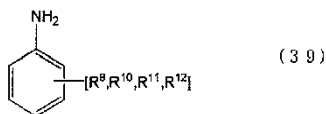
5 3) poliaminas orgánicas primarias alifáticas en las que el grupo  $\text{R}^1$  es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono opcionalmente sustituidas con un grupo aromático, y a es 2 ó 3.

En las descripciones anteriores, los átomos unidos a un grupo  $\text{NH}^2$  (y, preferentemente, átomos de carbono) que están contenidos en un anillo aromático se indican como aminas orgánicas aromáticas, mientras que los casos de unión a los átomos no en un anillo aromático (principalmente carbono) se indican como aminas orgánicas alifáticas. Los grupos alifáticos más preferentes son grupos hidrocarburo lineales, grupos hidrocarburo cíclicos y, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (denominados, por ejemplo, grupos hidrocarburo cíclicos sustituidos con un grupo hidrocarburo lineal o grupos hidrocarburo lineales sustituidos con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 6 a 70 átomos de carbono.

A continuación se enumeran ejemplos específicos de aminas orgánicas primarias preferentes.

#### 1) Monoaminas orgánicas aromáticas

20 Monoaminas orgánicas primarias aromáticas opcionalmente sustituidas con grupos alifáticos y/o aromáticos en las que el grupo  $\text{R}^1$  es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el que el grupo  $\text{R}^1$  está sustituido con un grupo  $\text{NH}_2$  y a es 1, preferentemente monoaminas orgánicas aromáticas en las que el grupo  $\text{R}^1$  es un grupo que tiene 6 a 70 átomos de carbono y a es 1, y, más preferentemente, teniendo en cuenta la fluidez y similares, monoaminas orgánicas aromáticas en las que el grupo  $\text{R}^1$  tiene de 6 a 13 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo  $\text{NH}_2$ " y a es 1, que son monoaminas orgánicas aromáticas representadas por la siguiente fórmula (39).

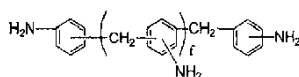


30 Como mínimo, una posición de la posición orto y/o la posición para el grupo  $\text{NH}_2$  de la monoamina orgánica primaria aromática representada por la fórmula (39) no está sustituida,  $\text{R}^9$  a  $\text{R}^{12}$  representan, respectivamente, un grupo sustituido en una posición arbitraria que conserva las propiedades aromáticas del anillo,  $\text{R}^9$  a  $\text{R}^{12}$  pueden sustituir, respectivamente e independientemente, el anillo aromático,  $\text{R}^9$  a  $\text{R}^{12}$  pueden estar unidos mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático y representan átomos de hidrógeno o grupos compuestos por grupos en los que un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo o un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está unido por enlaces hidrocarbonados saturados y/o enlaces éter, el número de átomos de carbono de  $\text{R}^9$  a  $\text{R}^{12}$  es un número entero dentro de un intervalo de 0 a 7, y el número total de átomos de carbono que componen una monoamina orgánica primaria aromática representada por la fórmula (39) es de 6 a 13.

40 Entre los ejemplos preferentes de monoaminas orgánicas primarias aromáticas representadas por la fórmula (39) se pueden incluir aquellos en los que los grupos  $\text{R}^9$  a  $\text{R}^{12}$  son átomos de hidrógeno o grupos seleccionados entre grupos alquilo, tales como, un grupo metilo o un grupo etilo, y ejemplos de dichas monoaminas orgánicas primarias aromáticas pueden incluir anilina, aminotolueno, dimetilnilina, dietilanilina, dipropilanilina, aminonaftaleno, aminometilnaftaleno, dimetilnaftilamina y trimetilnaftilamina, utilizándose, más preferentemente, anilina.

#### 2) Poliaminas orgánicas primarias aromáticas

50 Poliaminas orgánicas primarias aromáticas en las que el grupo  $\text{R}^1$  es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y que contienen uno o más anillos aromáticos opcionalmente sustituidos con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el que el grupo  $\text{R}^1$  está sustituido con un grupo  $\text{NH}_2$  y a es 2 o más, preferentemente poliaminas orgánicas aromáticas en las que el grupo  $\text{R}^1$  es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono y a es 2 o más, y, más preferentemente, teniendo en cuenta la fluidez y similares, poliaminas orgánicas aromáticas en las que el grupo  $\text{R}^1$  tiene de 6 a 13 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo  $\text{NH}_2$ " el anillo aromático puede estar sustituido adicionalmente con un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, y a es 2 o más. Entre los ejemplos de dichas poliaminas orgánicas aromáticas se pueden incluir diaminobenceno, diaminotolueno, metilendianilina, diaminomesitileno, diaminobifenilo, diaminodibencilo, bis(aminofenil)propano, bis(aminofenil)éter, bis(aminofenoxietano), diaminoxileno, diaminoanisol, diaminofenetol, diaminonaftaleno, diamino-metilbenceno, diamino-metilpiridina, diamino-metilnaftaleno y polimetilpenpolifenil poliaminas representadas por la siguiente fórmula (40):



( 4 0 )

(en la que  
f representa un número entero de 0 a 6).

5

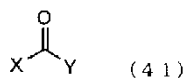
## 3) Poliaminas orgánicas alifáticas

Poliaminas orgánicas alifáticas en la que el grupo R<sup>1</sup> de una amina orgánica representada por la fórmula (29) es un grupo alifático en el que el número de átomos de carbono es un número entero dentro de un intervalo de 1 a 85 y que puede estar sustituido con un grupo aromático, y n es 2 ó 3. Las aminas orgánicas más preferentes son aminas orgánicas primarias alifáticas en las que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, grupo hidrocarburo cíclico o el grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre grupos hidrocarburo lineales y grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Más preferentemente, la amina orgánica es una poliamina orgánica alifática en la que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo alifático que es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre grupos hidrocarburos acíclicos y entre grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tienen de 1 a 70 átomos de carbono, y a es 2 ó 3. Teniendo en cuenta la fluidez y similares durante la producción industrial de grandes volúmenes, la amina orgánica es, más preferentemente, una poliamina orgánica primaria alifática en la que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre grupos hidrocarburos acíclicos y grupos hidrocarburos cíclicos (tal como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tienen de 6 a 13 átomos de carbono y compuesto, por átomos de carbono y átomos de hidrógeno. Es decir, esto se refiere al caso en el que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo alquilo lineal y/o ramificado, un grupo cicloalquilo o un grupo compuesto por grupos alquilo y grupos cicloalquilo. Entre los ejemplos de estas aminas orgánicas se pueden incluir aminas diprimarias alifáticas, tales como, etilendiamina, diaminopropano, diaminobutano, diaminopentano, diaminohexano o diaminododecano; triaminas alifáticas tales como, triaminohexano, triaminononano o triaminododecano; y poliaminas alifáticas cíclicas sustituidas, tales como, diaminociclobutano, diaminociclohexano, 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (formas cis y/o trans) o metilénbis(ciclohexilamina).

<Derivado del ácido carbónico>

El derivado del ácido carbónico en la presente realización se refiere a un compuesto representado por la siguiente fórmula (41). Es un componente que se utiliza como materia prima para la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido, junto con la amina orgánica y la composición hidroxilada aromática. Además, es un componente que puede estar contenido en la composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster del ácido carbámico N-sustituido.

40



( 4 1 )

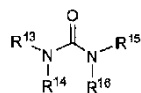
(en la que

X representa un grupo amino que tiene de 0 a 20 átomos de carbono, y  
Y representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo amino que tiene de 0 a 20 átomos de carbono).

Ejemplos de compuestos representados por la fórmula (41) anterior pueden incluir compuestos de urea y ésteres del ácido carbámico.

50

Los compuestos de urea se refieren a compuestos que tienen, como mínimo, un enlace urea en una molécula de los mismos y son, preferentemente, compuestos que tienen un enlace urea representado por la siguiente fórmula (42):



( 4 2 )

55

(en la que

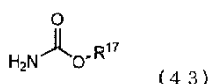


$R^{13}$ ,  $R^{14}$ ,  $R^{15}$  y  $R^{16}$ , respectiva e independientemente, representan un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alifático que tiene de 7 a 20 átomos de carbono sustituido con un compuesto aromático, un grupo aromático que tiene 6 a 20 átomos de carbono, o un átomo de hidrógeno, el número total de átomos de carbono que componen  $R^{13}$  y  $R^{14}$  es un número entero de 0 a 20, y el número total de átomos de carbono que componen  $R^{15}$  y  $R^{16}$  es un número entero de 0 a 20).

Entre los ejemplos de  $R^{13}$ ,  $R^{14}$ ,  $R^{15}$  y  $R^{16}$  se pueden incluir un átomo de hidrógeno, grupos alquilo tales como, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un grupo octilo, un grupo nonilo, un grupo decilo, un grupo undecilo, un grupo dodecilo, un grupo tridecilo, un grupo tetradecilo, un grupo pentadecilo, un grupo hexadecilo, un grupo heptadecilo, un grupo octadecilo o un grupo nonadecilo; grupos arilo en los que el número de átomos de carbono que componen el grupo es de 6 a 20, tales como, un grupo fenilo, un grupo metilfenilo, un grupo etilfenilo, un grupo propilfenilo, un grupo butilfenilo, un grupo pentilfenilo, un grupo hexilfenilo, un grupo heptilfenilo, un grupo octilfenilo, un grupo nonilfenilo, un grupo decilfenilo, un grupo bifenilo, un grupo dimetilfenilo, un grupo dietilfenilo, un grupo dipropilfenilo, un grupo dibutilfenilo, un grupo dipentilfenilo, un grupo dihexilfenilo, un grupo diheptilfenilo, un grupo diheptilfenilo, un grupo tercfeñilo, un grupo trimetilfenilo, un grupo trietilfenilo, un grupo tripropilfenilo un grupo tributilfenilo; y, grupos aralquilo en los que el número de átomos de carbono que componen el grupo es de 7 a 20, tales como, un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo, un grupo fenilpropilo, un grupo fenilbutilo, un grupo fenilpentilo, un grupo fenilhexilo, un grupo fenilheptilo, un grupo feniloctilo o un grupo fenilnonilo.

Entre los ejemplos específicos se pueden incluir urea, metilurea, etilurea, propilurea, butilurea, pentilurea, hexilurea, heptilurea, octilurea, nonilurea, decilurea, undecilurea, dodecilurea, tridecilurea, tetradecilurea, pentadecilurea, hexadecilurea, heptadecilurea, octadecilurea, nonadecilurea, fenilurea, N-(metilfenil)urea, N-(etilfenil)urea, N-(propilfenil)urea, N-(butilfenil)urea, N-(pentilfenil)urea, N-(hexilfenil)urea, N-(heptilfenil)urea, N-(octilfenil)urea, N-(nonilfenil)urea, N-(decilfenil)urea, N-bifenilurea, N-(dimetilfenil)urea, N-(dietilfenil)urea, N-(dipropilfenil)urea, N-(dibutilfenil)urea, N-(dipentilfenil)urea, N-(dihexilfenil)urea, N-(diheptilfenil)urea, N-terfenilurea, N-(trimetilfenil)urea, N-(trietilfenil)urea, N-(tripropilfenil)urea, N-(tributilfenil)urea, N-(fenilmetil)urea, N-(feniletil)urea, N-(fenilpropil)urea, N-(fenilbutil)urea, N-(fenilpentil)urea, N-(fenilhexil)urea, N-(fenilheptil)urea, N-(feniloctil)urea, N-(fenilnonil)urea, dimetilurea, dietilurea, dipropilurea, dibutilurea, dipentilurea, dihexilurea, diheptilurea, dioctilurea, dinonilurea, didecilurea, diundecilurea, didodecilurea, ditridecilurea, ditetradecilurea, dipentadecilurea, dihexadecilurea, diheptadecilurea, dioctadecilurea, dinonadecilurea, difenilurea, di(metilfenil)urea, di(etilfenil)urea, di(propilfenil)urea, di(butilfenil)urea, di(pentilfenil)urea, di(hexilfenil)urea, di(heptilfenil)urea, di(octilfenil)urea, di(nonilfenil)urea, di(decilfenil)urea, di(bifenil)urea, di(dimetilfenil)urea, di(dietilfenil)urea, di(dipropilfenil)urea, di(dibutilfenil)urea, di(dipentilfenil)urea, di(dihexilfenil)urea, di(diheptilfenil)urea, di(terfenil)urea, di(trimetilfenil)urea, di(trietilfenil)urea, di(tripropilfenil)urea, di(tributilfenil)urea, di(fenilmetil)urea, di(feniletil)urea, di(fenilpropil)urea, di(fenilbutil)urea, di(fenilpentil)urea, di(fenilhexil)urea, di(fenilheptil)urea, di(feniloctil)urea y di(fenilnonil)urea. Entre estos, preferentemente se utiliza urea en la que  $R^{13}$ ,  $R^{14}$ ,  $R^{15}$  y  $R^{16}$  en la fórmula (42) anterior son átomos de hidrógeno.

Preferentemente, para el éster del ácido carbámico, se utiliza un éster del ácido carbámico no N-sustituido representado por la fórmula (43) siguiente:



(en la que

$R^{17}$  representa un grupo alifático que tiene 1 a 50 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene 7 a 50 átomos de carbono o un grupo aromático que tiene 6 a 50 átomos de carbono).

Entre los ejemplos entre grupos alifáticos de  $R^{17}$  se pueden incluir grupos compuestos por átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o de halógeno). Entre los ejemplos preferentes de estos grupos alifáticos se pueden incluir grupos en los que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Además, los ejemplos en el caso de un grupo aralquilo se refieren a grupos en los que un grupo alquilo ramificado y/o lineal está sustituido con un grupo aromático y representan grupos en los que el grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono está sustituido con el grupo aromático que tiene de 6 a 49 átomos de carbono. Como se ha explicado anteriormente, el grupo aromático se refiere, preferentemente, a un grupo compuesto por átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o de halógeno), ejemplos de los cuales pueden incluir un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico reticulado, un grupo aromático de ensamblaje en anillo y un grupo aromático heterocíclico, y es, más preferentemente, un grupo fenilo sustituido y/o no sustituido, un grupo naftilo sustituido y/o no sustituido o un grupo antrilo sustituido y/o no sustituido.

Entre los ejemplos entre grupos aromáticos de  $R^{17}$  se pueden incluir grupos compuestos por átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o de halógeno), ejemplos de los cuales pueden

incluir un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico reticulado, un grupo aromático de ensamblaje en anillo y un grupo aromático heterocíclico, y es, más preferentemente, un grupo fenilo sustituido y/o no sustituido, un grupo naftilo sustituido y/o no sustituido o un grupo antrilo sustituido y/o no sustituido. Los sustituyentes pueden estar sustituidos con átomos de hidrógeno, grupos alifáticos (grupos hidrocarburo lineales, grupos hidrocarburo cíclicos y los grupos unidos a, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre grupos hidrocarburo lineales y grupos hidrocarburo cíclicos (tal como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico)) o grupos aromáticos mencionados anteriormente y también pueden ser grupos compuestos por los grupos alifáticos y grupos aromáticos mencionados anteriormente.

Entre los ejemplos de este R<sup>17</sup> se pueden incluir grupos alquilo en los que el número de átomos de carbono que componen el grupo es de 1 a 50, tales como, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un grupo octilo, un grupo nonilo, un grupo decilo, un grupo undecilo, un grupo dodecilo, un grupo tridecilo, un grupo tetradecilo, un grupo pentadecilo, un grupo hexadecilo, un grupo heptadecilo, un grupo octadecilo, un grupo nonadecilo o un grupo eicosilo; grupos arilo en los que el número de átomos de carbono que componen el grupo es de 6 a 50, tales como, un grupo fenilo, un grupo metilfenilo, un grupo etilfenilo, un grupo propilfenilo, un grupo butilfenilo, un grupo pentilfenilo, un grupo hexilfenilo, un grupo heptilfenilo, un grupo octilfenilo, un grupo nonilfenilo, un grupo decilfenilo, un grupo bifenilo, un grupo dimetilfenilo, un grupo dietilfenilo, un grupo dipropilfenilo, un grupo dibutilfenilo, un grupo dipentilfenilo, un grupo dihexilfenilo, un grupo diheptilfenilo, un grupo terfenilo, un grupo trimetilfenilo, un grupo trietilfenilo, un grupo tripropilfenilo o un grupo tributilfenilo; y grupos aralquilo en los que el número de átomos de carbono que componen el grupo es de 7 a 50, tales como, un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo, un grupo fenilpropilo, un grupo fenilbutilo, un grupo fenilpentilo, un grupo fenilhexilo, un grupo fenilheptilo, un grupo feniloctilo o un grupo fenilnonilo.

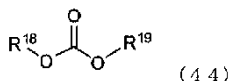
Entre los ejemplos específicos se pueden incluir carbamato de metilo, carbamato de etilo, carbamato de propilo, carbamato de butilo, carbamato de pentilo, carbamato de hexilo, carbamato de heptilo, carbamato de octilo, carbamato de nonilo, carbamato de decilo, carbamato de undecilo, carbamato de dodecilo, carbamato de tridecilo, carbamato de tetradecilo, carbamato de pentadecilo, carbamato de hexadecilo, carbamato de heptadecilo, carbamato de octadecilo, carbamato de nonadecilo, carbamato de fenilo, (metilfenil)carbamato, (etilfenil)carbamato, (propilfenil)carbamato, (butilfenil)carbamato, (pentilfenil)carbamato, (hexilfenil)carbamato, (heptilfenil)carbamato, (octilfenil)carbamato, (nonilfenil)carbamato, (decilfenil)carbamato, (bifenil)carbamato, (dimetilfenil)carbamato, (dietilfenil)carbamato, (dipropilfenil)carbamato, (dibutilfenil)carbamato, (dipentilfenil)carbamato, (dihexilfenil)carbamato, (diheptilfenil)carbamato, (terfenil)carbamato, (trimetilfenil)carbamato, (trietilfenil)carbamato, (triropilfenil)carbamato, (tributilfenil)carbamato, (fenilmetil)carbamato, (feniletil)carbamato, (fenilpropil)carbamato, (fenilbutil)carbamato, (fenilpentil)carbamato, (fenilhexil)carbamato, (fenilheptil)carbamato, (feniloctil)carbamato y (fenilnonil)carbamato.

El éster del ácido carbámico N-sustituido contenido en la composición para la transferencia y el almacenamiento de la presente realización se produce, preferentemente, a partir de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada aromática. En este caso, hay muchos casos en los que un éster del ácido carbámico no N-sustituido contenido en la composición para la transferencia y el almacenamiento es un éster del ácido carbámico no N-sustituido en el que un grupo éster del éster del ácido carbámico no N-sustituido se deriva de la composición hidroxilada aromática.

<Éster del ácido carbónico>

Un éster del ácido carbónico es un componente contenido, preferentemente, en una cantidad específica en la composición para la transferencia y el almacenamiento de la presente realización.

Un éster del ácido carbónico se refiere a un compuesto en el que uno o dos de los dos átomos de hidrógeno del ácido carbónico CO (OH)<sub>2</sub> está sustituido con un grupo alifático o un grupo aromático. En la presente realización, se utiliza, preferentemente, un compuesto representado por la fórmula (44) siguiente:



(en la que R<sup>18</sup> y R<sup>19</sup> representan, respectiva e independientemente, un grupo alifático que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene 7 a 50 átomos de carbono o un grupo aromático que tiene de 6 a 50 átomos de carbono).

Entre los ejemplos entre grupos alifáticos de R<sup>18</sup> y R<sup>19</sup> se pueden incluir grupos compuestos por átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o de halógeno). Entre los ejemplos preferentes de estos grupos alifáticos se pueden incluir grupos en los que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido

con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Además, los ejemplos en el caso de un grupo aralquilo se refieren a grupos en los que un grupo alquilo ramificado y/o lineal está sustituido con un grupo aromático y representan grupos en los que el grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono está sustituido con el grupo aromático que tiene de 6 a 49 átomos de carbono. Como se ha explicado anteriormente, el grupo aromático se refiere, preferentemente, a un grupo compuesto por átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o de halógeno), ejemplos de los cuales pueden incluir un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico reticulado, un grupo aromático de ensamblaje en anillo y un grupo aromático heterocíclico, y es, más preferentemente, un grupo fenilo sustituido y/o no sustituido, un grupo naftilo sustituido y/o no sustituido o un grupo antrilo sustituido y/o no sustituido.

Entre los ejemplos entre grupos aromáticos de R<sup>18</sup> y R<sup>19</sup> se pueden incluir grupos compuestos por átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o de halógeno), ejemplos de los cuales pueden incluir un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico reticulado, un grupo aromático de ensamblaje en anillo y un grupo aromático heterocíclico, y es, más preferentemente, un grupo fenilo sustituido y/o no sustituido, un grupo naftilo sustituido y/o no sustituido o un grupo antrilo sustituido y/o no sustituido. Los sustituyentes pueden estar sustituidos con átomos de hidrógeno, grupos alifáticos (grupos hidrocarburo lineales, grupos hidrocarburo cíclicos y los grupos unidos a, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre grupos hidrocarburo lineales y grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico)) o los grupos aromáticos mencionados anteriormente y también pueden ser grupos compuestos por grupos alifáticos y grupos aromáticos mencionados anteriormente.

Entre los ejemplos específicos se pueden incluir grupos alquilo tales como, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un grupo octilo, un grupo nonilo, un grupo decilo, un grupo undecilo, un grupo dodecilo, un grupo tridecilo, un grupo tetradecilo, un grupo pentadecilo, un grupo hexadecilo, un grupo heptadecilo, un grupo octadecilo, un grupo nonadecilo o un grupo eicosilo; grupos arilo, tales como, un grupo fenilo, un grupo metilfenilo, un grupo etilfenilo, un grupo propilfenilo, un grupo butilfenilo, un grupo pentilfenilo, un grupo hexilfenilo, un grupo heptilfenilo, un grupo octilfenilo, un grupo nonilfenilo, un grupo decilfenilo, un grupo bifenilo, un grupo dimetilfenilo, un grupo dietilfenilo, un grupo dipropilfenilo, un grupo dibutilfenilo, un grupo dipentilfenilo, un grupo dihexilfenilo, un grupo diheptilfenilo, un grupo tercfenilo, un grupo trimetilfenilo, un grupo trietilfenilo, un grupo tripropilfenilo un grupo tributilfenilo; y, grupos aralquilo, tales como, un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo, un grupo fenilpropilo, un grupo fenilbutilo, un grupo fenilpentilo, un grupo fenilhexilo, un grupo fenilheptilo, un grupo feniloctilo o un grupo fenilnonilo.

Entre los ejemplos específicos se pueden incluir carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo, carbonato de dibutilo, carbonato de dipentilo, carbonato de dihexilo, carbonato de diheptilo, carbonato de dioctilo, carbonato de dinonilo, carbonato de didecilo, carbonato de diundecilo, carbonato de didodecilo, carbonato de ditridecilo, carbonato de ditetradecilo, carbonato de dipentadecilo, carbonato de dihexadecilo, carbonato de diheptadecilo, carbonato de dioctadecilo, carbonato de dinonadecilo, carbonato de difenilo, di(metilfenil)carbonato, di(etilfenil)carbonato, di(propilfenil)carbonato, di(butilfenil)carbonato, di(pentilfenil)carbonato, di(hexilfenil)carbonato, di(heptilfenil)carbonato, di(octilfenil)carbonato, di(nonilfenil)carbonato, di(decilfenil)carbonato, di(bifenil)carbonato, di(dimetilfenil)carbonato, di(dietilfenil)carbonato, di(dipropilfenil)carbonato, di(dibutilfenil)carbonato, di(dipentilfenil)carbonato, di(dihexilfenil)carbonato, di(diheptilfenil)carbonato, di(fenilfenil)carbonato, di(trimetilfenil)carbonato, di(trietilfenil)carbonato, di(tripropilfenil)carbonato, di(tributilfenil)carbonato, di(fenilmetil)carbonato, di(feniletil)carbonato, di(fenilpropil)carbonato, di(fenilbutil)carbonato, di(fenilpentil)carbonato, di(fenilhexil)carbonato, di(fenilheptil)carbonato, di(feniloctil)carbonato di(fenilnonil)carbonato, (metil)(etil)carbonato, (metil)(propil)carbonato, (metil)(butil)carbonato, (metil)(pentil)carbonato, (metil)(hexil)carbonato, (metil)(heptil)carbonato, (metil)(octil)carbonato, (metil)(nonil)carbonato, (metil)(decil)carbonato, (metil)(undecil)carbonato, (metil)(dodecil)carbonato, (metil)(tridecil)carbonato, (metil)(tetradecil)carbonato, (metil)(pentadecil)carbonato, (metil)(hexadecil)carbonato, (metil)(heptadecil)carbonato, (metil)(octadecil)carbonato, (metil)(nonadecil)carbonato, (metil)(fenil)carbonato, (metil)(metilfenil)carbonato, (metil)(etilfenil)carbonato, (metil)(propilfenil)carbonato, (metil)(butilfenil)carbonato, (metil)(pentilfenil)carbonato, (metil)(hexilfenil)carbonato, (metil)(heptilfenil)carbonato, (metil)(octilfenil)carbonato, (metil)(nonilfenil)carbonato, (metil)(decilfenil)carbonato, (metil)(bifenil)carbonato, (metil)(dimetilfenil)carbonato, (metil)(dietilfenil)carbonato, (metil)(dipropilfenil)carbonato, (metil)(dibutilfenil)carbonato, (metil)(dipentilfenil)carbonato, (metil)(dihexilfenil)carbonato, (metil)(diheptilfenil)carbonato, (metil)(fenilfenil)carbonato, (metil)(trimetilfenil)carbonato, (metil)(trietilfenil)carbonato, (metil)(tripropilfenil)carbonato, (metil)(tributilfenil)carbonato, (metil)(fenilmetil)carbonato, (metil)(feniletal)carbonato, (metil)(fenilpropil)carbonato, (metil)(fenilbutil)carbonato, (metil)(fenilpentil)carbonato, (metil)(fenilhexil)carbonato, (metil)(fenilheptil)carbonato, (metil)(feniloctil)carbonato, (metil)(fenilnonil)carbonato, (etil)(propil)carbonato, (etil)(butil)carbonato, (etil)(pentil)carbonato, (etil)(hexil)carbonato, (etil)(heptil)carbonato, (etil)(octil)carbonato, (etil)(nonil)carbonato, (etil)(decil)carbonato, (etil)(undecil)carbonato, (etil)(dodecil)carbonato, (etil)(tridecil)carbonato, (etil)(tetradecil)carbonato, (etil)(pentadecil)carbonato, (etil)(hexadecil)carbonato, (etil)(heptadecil)carbonato, (etil)(octadecil)carbonato, (etil)(nonadecil)carbonato, (etil)(fenil)carbonato, (etil)(metilfenil)carbonato, (etil)(etilfenil)carbonato, (etil)(propilfenil)carbonato, (etil)(butilfenil)carbonato, (etil)(pentilfenil)carbonato, (etil)(hexilfenil)carbonato, (etil)(heptilfenil)carbonato, (etil)(octilfenil)carbonato, (etil)(nonilfenil)carbonato,

	(etil)(decilfenil)carbonato,	(etil)(bifenil)carbonato,	(etil)(dimetilfenil)carbonato,	(etil)(dietilfenil)carbonato,
	(etil)(dipropilfenil)carbonato,	(etil)(dibutilfenil)carbonato,	(etil)(dipentilfenil)carbonato,	(etil)(dihexilfenil)carbonato,
	(etil)(diheptilfenil)carbonato,	(etil)(fenilfenil)carbonato,	(etil)(trimetilfenil)carbonato,	(etil)(trietilfenil)carbonato,
	(etil)(tripropilfenil)carbonato,	(etil)(tributilfenil)carbonato,	(etil)(fenilmetil)carbonato,	(etil)(feniletil)carbonato,
5	(etil)(fenilpropil)carbonato,	(etil)(fenilbutil)carbonato,	(etil)(fenilpentil)carbonato,	(etil)(fenilhexil)carbonato,
	(etil)(fenilheptil)carbonato,	(etil)(feniloctil)carbonato,	(etil)(fenilnonil)carbonato,	(propil)(butil)carbonato,
	(propil)(pentil)carbonato,	(propil)(hexil)carbonato,	(propil)(heptil)carbonato,	(propil)(propil)carbonato,
	(propil)(nonil)carbonato,	(propil)(decil)carbonato,	(propil)(undecil)carbonato,	(propil)(dodecil)carbonato,
	(propil)(tridecil)carbonato,	(propil)(tetradecil)carbonato,	(propil)(pentadecil)carbonato,	(propil)(hexadecil)carbonato,
10	(propil)(heptadecil)carbonato,	(propil)(octadecil)carbonato,	(propil)(nonadecil)carbonato,	(propil)(fenil)carbonato,
	(propil)(metilfenil)carbonato,	(propil)(etilfenil)carbonato,	(propil)(propilfenil)carbonato,	(propil)(butilfenil)carbonato,
	(propil)(pentilfenil)carbonato,	(propil)(hexilfenil)carbonato,	(propil)(heptilfenil)carbonato,	(propil)(octilfenil)carbonato,
	(propil)(nonilfenil)carbonato,	(propil)(decilfenil)carbonato,	(propil)(bifenil)carbonato,	(propil)(dimetilfenil)carbonato,
	(propil)(dietilfenil)carbonato,	(propil)(dipropilfenil)carbonato,	(propil)(dibutilfenil)carbonato,	(propil)(dipentilfenil)carbonato,
15	(propil)(dipentilfenil)carbonato,	(propil)(dihexilfenil)carbonato,	(propil)(diheptilfenil)carbonato,	(propil)(diheptilfenil)carbonato,
	(propil)(fenilfenil)carbonato,	(propil)(trimetilfenil)carbonato,	(propil)(trietilfenil)carbonato,	(propil)(tripropilfenil)carbonato,
	(propil)(tributilfenil)carbonato,	(propil)(fenilmetil)carbonato,	(propil)(feniletil)carbonato,	(propil)(fenilpropil)carbonato,
	(propil)(fenilbutil)carbonato,	(propil)(fenilpentil)carbonato,	(propil)(fenilhexil)carbonato,	(propil)(fenilheptil)carbonato,
	(propil)(feniloctil)carbonato,	(propil)(fenilnonil)carbonato,	(butil)(pentil)carbonato,	(butil)(hexil)carbonato,
20	(butil)(heptil)carbonato,	(butil)(octil)carbonato,	(butil)(nonil)carbonato,	(butil)(decil)carbonato,
	(butil)(undecil)carbonato,	(butil)(dodecil)carbonato,	(butil)(tridecil)carbonato,	(butil)(tetradecil)carbonato,
	(butil)(pentadecil)carbonato,	(butil)(hexadecil)carbonato,	(butil)(heptadecil)carbonato,	(butil)(octadecil)carbonato,
	(butil)(nonadecil)carbonato,	(butil)(fenil)carbonato,	(butil)(metilfenil)carbonato,	(butil)(etilfenil)carbonato,
	(butil)(propilfenil)carbonato,	(butil)(butilfenil)carbonato,	(butil)(pentilfenil)carbonato,	(butil)(hexilfenil)carbonato,
25	(butil)(heptilfenil)carbonato,	(butil)(octilfenil)carbonato,	(butil)(nonilfenil)carbonato,	(butil)(decilfenil)carbonato,
	(butil)(bifenil)carbonato,	(butil)(dimetilfenil)carbonato,	(butil)(dietilfenil)carbonato,	(butil)(dipropilfenil)carbonato,
	(butil)(dibutilfenil)carbonato,	(butil)(dipentilfenil)carbonato,	(butil)(dihexilfenil)carbonato,	(butil)(diheptilfenil)carbonato,
	(butil)(fenilfenil)carbonato,	(butil)(trimetilfenil)carbonato,	(butil)(trietilfenil)carbonato,	(butil)(tripropilfenil)carbonato,
	(butil)(tributilfenil)carbonato,	(butil)(fenilmetil)carbonato,	(butil)(feniletil)carbonato,	(butil)(fenilpropil)carbonato,
30	(butil)(fenilbutil)carbonato,	(butil)(fenilpentil)carbonato,	(butil)(fenilhexil)carbonato,	(butil)(fenilheptil)carbonato,
	(butil)(feniloctil)carbonato,	(butil)(fenilnonil)carbonato,	(pentil)(hexil)carbonato,	(pentil)(heptil)carbonato,
	(pentil)(octil)carbonato,	(pentil)(nonil)carbonato,	(pentil)(decil)carbonato,	(pentil)(undecil)carbonato,
	(pentil)(dodecil)carbonato,	(pentil)(tridecil)carbonato,	(pentil)(tetradecil)carbonato,	(pentil)(pentadecil)carbonato,
	(pentil)(hexadecil)carbonato,	(pentil)(heptadecil)carbonato,	(pentil)(octadecil)carbonato,	(pentil)(nonadecil)carbonato,
35	(pentil)(fenil)carbonato,	(pentil)(metilfenil)carbonato,	(pentil)(etilfenil)carbonato,	(pentil)(propilfenil)carbonato,
	(pentil)(butilfenil)carbonato,	(pentil)(pentilfenil)carbonato,	(pentil)(hexilfenil)carbonato,	(pentil)(heptilfenil)carbonato,
	(pentil)(octilfenil)carbonato,	(pentil)(nonilfenil)carbonato,	(pentil)(decilfenil)carbonato,	(pentil)(bifenil)carbonato,
	(pentil)(dimetilfenil)carbonato,	(pentil)(dietilfenil)carbonato,	(pentil)(dipropilfenil)carbonato,	(pentil)(dipentilfenil)carbonato,
	(pentil)(dibutilfenil)carbonato,	(pentil)(dipentilfenil)carbonato,	(pentil)(dihexilfenil)carbonato,	(pentil)(diheptilfenil)carbonato,
40	(pentil)(diheptilfenil)carbonato,	(pentil)(fenilfenil)carbonato,	(pentil)(trimetilfenil)carbonato,	(pentil)(tributilfenil)carbonato,
	(pentil)(trietilfenil)carbonato,	(pentil)(tripropilfenil)carbonato,	(pentil)(fenilbutil)carbonato,	(pentil)(fenilpentil)carbonato,
	(pentil)(fenilmetil)carbonato,	(pentil)(feniletil)carbonato,	(pentil)(fenilpropil)carbonato,	(pentil)(fenilheptil)carbonato,
	(pentil)(fenilpentil)carbonato,	(pentil)(fenilhexil)carbonato,	(pentil)(feniloctil)carbonato,	(pentil)(fenilnonil)carbonato,
	(pentil)(fenilnonil)carbonato,	(hexil)(heptil)carbonato,	(hexil)(octil)carbonato,	(hexil)(nonil)carbonato,
45	(hexil)(decil)carbonato,	(hexil)(undecil)carbonato,	(hexil)(dodecil)carbonato,	(hexil)(tridecil)carbonato,
	(hexil)(tetradecil)carbonato,	(hexil)(pentadecil)carbonato,	(hexil)(hexadecil)carbonato,	(hexil)(heptadecil)carbonato,
	(hexil)(octadecil)carbonato,	(hexil)(nonadecil)carbonato,	(hexil)(fenil)carbonato,	(hexil)(metilfenil)carbonato,
	(hexil)(etilfenil)carbonato,	(hexil)(propilfenil)carbonato,	(hexil)(butilfenil)carbonato,	(hexil)(pentilfenil)carbonato,
	(hexil)(hexilfenil)carbonato,	(hexil)(heptilfenil)carbonato,	(hexil)(octilfenil)carbonato,	(hexil)(nonilfenil)carbonato,
50	(hexil)(decilfenil)carbonato,	(hexil)(bifenil)carbonato,	(hexil)(dimetilfenil)carbonato,	(hexil)(dietilfenil)carbonato,
	(hexil)(dipropilfenil)carbonato,	(hexil)(dibutilfenil)carbonato,	(hexil)(dipentilfenil)carbonato,	(hexil)(dihexilfenil)carbonato,
	(hexil)(dihexilfenil)carbonato,	(hexil)(diheptilfenil)carbonato,	(hexil)(fenilfenil)carbonato,	(hexil)(trimetilfenil)carbonato,
	(hexil)(trietilfenil)carbonato,	(hexil)(tripropilfenil)carbonato,	(hexil)(tributilfenil)carbonato,	(hexil)(fenilmetil)carbonato,
	(hexil)(feniletil)carbonato,	(hexil)(fenilpropil)carbonato,	(hexil)(fenilbutil)carbonato,	(hexil)(fenilpentil)carbonato,
55	(hexil)(fenilhexil)carbonato,	(hexil)(fenilheptil)carbonato,	(hexil)(feniloctil)carbonato,	(hexil)(fenilnonil)carbonato,
	(heptil)(octil)carbonato,	(heptil)(nonil)carbonato,	(heptil)(decil)carbonato,	(heptil)(undecil)carbonato,
	(heptil)(dodecil)carbonato,	(heptil)(tridecil)carbonato,	(heptil)(tetradecil)carbonato,	(heptil)(pentadecil)carbonato,
	(heptil)(hexadecil)carbonato,	(heptil)(heptadecil)carbonato,	(heptil)(octadecil)carbonato,	(heptil)(nonadecil)carbonato,
	(heptil)(fenil)carbonato,	(heptil)(metilfenil)carbonato,	(heptil)(etilfenil)carbonato,	(heptil)(propilfenil)carbonato,
60	(heptil)(butilfenil)carbonato,	(heptil)(pentilfenil)carbonato,	(heptil)(hexilfenil)carbonato,	(heptil)(heptilfenil)carbonato,
	(heptil)(octilfenil)carbonato,	(heptil)(nonilfenil)carbonato,	(heptil)(decilfenil)carbonato,	(heptil)(bifenil)carbonato,
	(heptil)(dimetilfenil)carbonato,	(heptil)(dietilfenil)carbonato,	(heptil)(dipropilfenil)carbonato,	(heptil)(dipentilfenil)carbonato,
	(heptil)(dibutilfenil)carbonato,	(heptil)(dipentilfenil)carbonato,	(heptil)(dihexilfenil)carbonato,	(heptil)(diheptilfenil)carbonato,
	(heptil)(diheptilfenil)carbonato,	(heptil)(fenilfenil)carbonato,	(heptil)(trimetilfenil)carbonato,	(heptil)(tributilfenil)carbonato,
65	(heptil)(trietilfenil)carbonato,	(heptil)(tripropilfenil)carbonato,	(heptil)(fenilbutil)carbonato,	(heptil)(fenilpentil)carbonato,
	(heptil)(fenilmetil)carbonato,	(heptil)(feniletil)carbonato,	(heptil)(fenilpropil)carbonato,	(heptil)(fenilbutil)carbonato,

	(heptil)(fenilpentil)carbonato,	(heptil)(fenilhexil)carbonato,	(heptil)(fenilheptil)carbonato,	(heptil)(feniloctil)carbonato,
	(heptil)(fenilnonil)carbonato,	(octil)(nonil)carbonato,	(octil)(decil)carbonato,	(octil)(undecil)carbonato,
	(octil)(dodecil)carbonato,	(octil)(tridecil)carbonato,	(octil)(tetradecil)carbonato,	(octil)(pentadecil)carbonato,
	(octil)(hexadecil)carbonato,	(octil)(heptadecil)carbonato,	(octil)(octadecil)carbonato,	(octil)(nonadecil)carbonato,
5	(octil)(fenil)carbonato,	(octil)(metilfenil)carbonato,	(octil)(etilfenil)carbonato,	(octil)(propilfenil)carbonato,
	(octil)(butilfenil)carbonato,	(octil)(pentilfenil)carbonato,	(octil)(hexilfenil)carbonato,	(octil)(heptilfenil)carbonato,
	(octil)(octilfenil)carbonato,	(octil)(nonilfenil)carbonato,	(octil)(decilfenil)carbonato,	(octil)(bifenil)carbonato,
	(octil)(dimetilfenil)carbonato,	(octil)(dietilfenil)carbonato,	(octil)(dipropilfenil)carbonato,	(octil)(dibutilfenil)carbonato,
	(octil)(dipentilfenil)carbonato,	(octil)(dihexilfenil)carbonato,	(octil)(diheptilfenil)carbonato,	(octil)(fenilfenil)carbonato,
10	(octil)(trimetilfenil)carbonato,	(octil)(trietilfenil)carbonato,	(octil)(tripropilfenil)carbonato,	(octil)(tributilfenil)carbonato,
	(octil)(fenilmetil)carbonato,	(octil)(feniletil)carbonato,	(octil)(fenilpropil)carbonato,	(octil)(fenilbutil)carbonato,
	(octil)(fenilpentil)carbonato,	(octil)(fenilhexil)carbonato,	(octil)(fenilheptil)carbonato,	(octil)(feniloctil)carbonato,
	(octil)(fenilnonil)carbonato,	(metilfenil)(etilfenil)carbonato,	(metilfenil)(propilfenil)carbonato,	
	(metilfenil)(butilfenil)carbonato,	(metilfenil)(pentilfenil)carbonato,	(metilfenil)(hexilfenil)carbonato,	
15	(metilfenil)(heptilfenil)carbonato,	(metilfenil)(octilfenil)carbonato,	(metilfenil)(nonilfenil)carbonato,	
	(metilfenil)(decilfenil)carbonato,	(metilfenil)(bifenil)carbonato,	(metilfenil)(dimetilfenil)carbonato,	
	(metilfenil)(dietilfenil)carbonato,	(metilfenil)(dipropilfenil)carbonato,	(metilfenil)(dibutilfenil)carbonato,	
	(metilfenil)(dipentilfenil)carbonato,	(metilfenil)(dihexilfenil)carbonato,	(metilfenil)(diheptilfenil)carbonato,	
	(metilfenil)(fenilfenil)carbonato,	(metilfenil)(trimetilfenil)carbonato,	(metilfenil)(trietilfenil)carbonato,	
20	(metilfenil)(tripropilfenil)carbonato,	(metilfenil)(tributilfenil)carbonato,	(metilfenil)(fenilmetil)carbonato,	
	(metilfenil)(feniletil)carbonato,	(metilfenil)(fenilpropil)carbonato,	(metilfenil)(fenibutil)carbonato,	
	(metilfenil)(fenilpentil)carbonato,	(metilfenil)(fenilhexil)carbonato,	(metilfenil)(fenilheptil)carbonato,	
	(metilfenil)(feniloctil)carbonato,	(metilfenil)(fenilnonil)carbonato,	(etilfenil)(propilfenil)carbonato,	
25	(etilfenil)(butilfenil)carbonato,	(etilfenil)(pentilfenil)carbonato,	(etilfenil)(hexilfenil)carbonato,	
	(etilfenil)(heptilfenil)carbonato,	(etilfenil)(octilfenil)carbonato,	(etilfenil)(nonilfenil)carbonato,	
	(etilfenil)(decilfenil)carbonato,	(etilfenil)(bifenil)carbonato,	(etilfenil)(dimetilfenil)carbonato,	
	(etilfenil)(dietilfenil)carbonato,	(etilfenil)(dipropilfenil)carbonato,	(etilfenil)(dibutilfenil)carbonato,	
	(etilfenil)(dipentilfenil)carbonato,	(etilfenil)(dihexilfenil)carbonato,	(etilfenil)(diheptilfenil)carbonato,	
	(etilfenil)(fenilfenil)carbonato,	(etilfenil)(trimetilfenil)carbonato,	5(etilfenil)(trietilfenil)carbonato,	
30	(etilfenil)(tripropilfenil)carbonato,	(etilfenil)(tributilfenil)carbonato,	(etilfenil)(fenilmetil)carbonato,	
	(etilfenil)(feniletil)carbonato,	(etilfenil)(fenilpropil)carbonato,	(etilfenil)(fenibutil)carbonato,	
	(etilfenil)(fenilpentil)carbonato,	(etilfenil)(fenilhexil)carbonato,	(etilfenil)(fenilheptil)carbonato,	
	(etilfenil)(feniloctil)carbonato,	(etilfenil)(fenilnonil)carbonato,	(propilfenil)(propilfenil)carbonato,	
35	(propilfenil)(butilfenil)carbonato,	(propilfenil)(pentilfenil)carbonato,	(propilfenil)(hexilfenil)carbonato,	
	(propilfenil)(heptilfenil)carbonato,	(propilfenil)(octilfenil)carbonato,	(propilfenil)(nonilfenil)carbonato,	
	(propilfenil)(decilfenil)carbonato,	(propilfenil)(bifenil)carbonato,	(propilfenil)(dimetilfenil)carbonato,	
	(propilfenil)(dietilfenil)carbonato,	(propilfenil)(dipropilfenil)carbonato,	(propilfenil)(dibutilfenil)carbonato,	
	(propilfenil)(dipentilfenil)carbonato,	(propilfenil)(dihexilfenil)carbonato,	(propilfenil)(diheptilfenil)carbonato,	
	(propilfenil)(fenilfenil)carbonato,	(propilfenil)(trimetilfenil)carbonato,	(propilfenil)(trietilfenil)carbonato,	
40	(propilfenil)(tripropilfenil)carbonato,	(propilfenil)(tributilfenil)carbonato,	(propilfenil)(fenilmetil)carbonato,	
	(propilfenil)(feniletil)carbonato,	(propilfenil)(fenilpropil)carbonato,	(propilfenil)(fenibutil)carbonato,	
	(propilfenil)(fenilpentil)carbonato,	(propilfenil)(fenilhexil)carbonato,	(propilfenil)(fenilheptil)carbonato,	
	(propilfenil)(feniloctil)carbonato,	(propilfenil)(fenilnonil)carbonato,	(butilfenil)(pentilfenil)carbonato,	
45	(butilfenil)(hexilfenil)carbonato,	(butilfenil)(heptilfenil)carbonato,	(butilfenil)(octilfenil)carbonato,	
	(butilfenil)(nonilfenil)carbonato,	(butilfenil)(decilfenil)carbonato,	(butilfenil)(bifenil)carbonato,	
	(butilfenil)(dimetilfenil)carbonato,	(butilfenil)(dietilfenil)carbonato,	(butilfenil)(dipropilfenil)carbonato,	
	(butilfenil)(dibutilfenil)carbonato,	(butilfenil)(dipentilfenil)carbonato,	(butilfenil)(dihexilfenil)carbonato,	
	(butilfenil)(diheptilfenil)carbonato,	(butilfenil)(fenilfenil)carbonato,	(butilfenil)(trimetilfenil)carbonato,	
	(butilfenil)(trietilfenil)carbonato,	(butilfenil)(tripropilfenil)carbonato,	(butilfenil)(tributilfenil)carbonato,	
50	(butilfenil)(fenilmetil)carbonato,	(butilfenil)(feniletil)carbonato,	(butilfenil)(fenilpropil)carbonato,	
	(butilfenil)(fenibutil)carbonato,	(butilfenil)(fenilpentil)carbonato,	(butilfenil)(fenilhexil)carbonato,	
	(butilfenil)(fenilheptil)carbonato,	(butilfenil)(feniloctil)carbonato,	(butilfenil)(fenilnonil)carbonato,	
	(pentilfenil)(hexilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(heptilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(octilfenil)carbonato,	
	(pentilfenil)(nonilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(decilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(bifenil)carbonato,	
55	(pentilfenil)(dimetilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(dietilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(dipropilfenil)carbonato,	
	(pentilfenil)(dibutilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(dipentilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(dihexilfenil)carbonato,	
	(pentilfenil)(diheptilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(fenilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(trimetilfenil)carbonato,	
	(pentilfenil)(trietilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(tripropilfenil)carbonato,	(pentilfenil)(tributilfenil)carbonato,	
	(pentilfenil)(fenilmetil)carbonato,	(pentilfenil)(feniletil)carbonato,	(pentilfenil)(fenilpropil)carbonato,	
60	(pentilfenil)(fenibutil)carbonato,	(pentilfenil)(fenilpentil)carbonato,	(pentilfenil)(fenilhexil)carbonato,	
	(pentilfenil)(fenilheptil)carbonato,	(pentilfenil)(feniloctil)carbonato,	(pentilfenil)(fenilnonil)carbonato,	
	(hexilfenil)(heptilfenil)carbonato,	(hexilfenil)(octilfenil)carbonato,	(hexilfenil)(nonilfenil)carbonato,	
	(hexilfenil)(decilfenil)carbonato,	(hexilfenil)(bifenil)carbonato,	(hexilfenil)(dimetilfenil)carbonato,	
	(hexilfenil)(dietilfenil)carbonato,	(hexilfenil)(dipropilfenil)carbonato,	(hexilfenil)(dibutilfenil)carbonato,	
65	(hexilfenil)(dipentilfenil)carbonato,	(hexilfenil)(dihexilfenil)carbonato,	(hexilfenil)(diheptilfenil)carbonato,	
	(hexilfenil)(fenilfenil)carbonato,	(hexilfenil)(trimetilfenil)carbonato,	(hexilfenil)(trietilfenil)carbonato,	

(hexilfenil)(tripropilfenil)carbonato,  
 (hexilfenil)(feniletil)carbonato,  
 (hexilfenil)(fenilpentil)carbonato,  
 (hexilfenil)(feniloctil)carbonato,  
 5 (dimetilfenil)(dipropilfenil)carbonato,  
 (dimetilfenil)(dihexilfenil)carbonato,  
 (dimetilfenil)(tripropilfenil)carbonato,  
 (dimetilfenil)(tributilfenil)carbonato,  
 (dimetilfenil)(fenilpropil)carbonato,  
 10 (dimetilfenil)(fenilhexil)carbonato,  
 (dimetilfenil)(fenilnonil)carbonato,  
 (dietilfenil)(dipentilfenil)carbonato,  
 (dietilfenil)(fenilfenil)carbonato,  
 (dietilfenil)(tripropilfenil)carbonato,  
 15 (dietilfenil)(feniletil)carbonato,  
 (dietilfenil)(fenilpentil)carbonato,  
 (dietilfenil)(feniloctil)carbonato,  
 (dipropilfenil)(dipentilfenil)carbonato,  
 (dipropilfenil)(fenilfenil)carbonato,  
 20 (dipropilfenil)(tripropilfenil)carbonato,  
 (dipropilfenil)(feniletil)carbonato,  
 (dipropilfenil)(fenilpentil)carbonato,  
 (dipropilfenil)(feniloctil)carbonato,  
 (dibutilfenil)(dihexilfenil)carbonato,  
 25 (dibutilfenil)(trimetilfenil)carbonato,  
 (dibutilfenil)(tributilfenil)carbonato,  
 (dibutilfenil)(fenilpropil)carbonato,  
 (dibutilfenil)(fenilhexil)carbonato,  
 (dibutilfenil)(fenilnonil)carbonato,  
 30 (dipentilfenil)(fenilfenil)carbonato,  
 (dipentilfenil)(tripropilfenil)carbonato,  
 (dipentilfenil)(feniletil)carbonato,  
 (dipentilfenil)(fenilpentil)carbonato,  
 (dipentilfenil)(feniloctil)carbonato,  
 35 (trimetilfenil)(tripropilfenil)carbonato,  
 (trimetilfenil)(feniletil)carbonato,  
 (trimetilfenil)(fenilpentil)carbonato,  
 (trimetilfenil)(feniloctil)carbonato y (trimetilfenil)(fenilnonil)carbonato.

40 El éster del ácido carbámico N-sustituido contenido en la composición para la transferencia y el almacenamiento de la presente realización se produce, preferentemente, mediante la reacción de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada aromática. En este caso, el éster del ácido carbónico contenido en la composición para la transferencia y el almacenamiento es un éster del ácido carbónico en el que un grupo éster del éster del ácido carbónico es un grupo derivado de la composición hidroxilada aromática.

45 Además de estar contenido en la composición para la transferencia y el almacenamiento de la presente realización, el éster del ácido carbónico mencionado anteriormente puede estar contenido en un compuesto que tiene un grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico que se recupera durante la producción del éster del ácido carbámico N-sustituido. El éster del ácido carbónico en ese caso es un éster del ácido carbónico en el que un grupo éster del éster del ácido carbónico es un grupo éster derivado de un compuesto hidroxilado aromático utilizado en la producción del éster del ácido carbámico N-sustituido.

50 El compuesto recuperado que tiene un grupo carbonilo derivado de un derivado del ácido carbónico también puede reutilizarse como materia prima para la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido. En ese momento, además de los compuestos de urea descritos anteriormente, también pueden estar contenidos los ésteres del ácido carbámico y ésteres del ácido carbónico, aunque los compuestos de urea, biurets o nuratos y similares de los monómeros o polímeros sustituidos complejos también pueden estar contenidos como compuestos que tienen un grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico, de modo que el hecho de contener dichos compuestos no presenta un problema.

60 <Composición hidroxilada>

65 La composición hidroxilada en la presente realización se refiere a una composición que contiene un tipo o una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados. Aunque un compuesto hidroxilado se refiere a un compuesto que tiene un grupo hidroxilo (grupo -OH), preferentemente los compuestos hidroxilados que componen la composición hidroxilada son compuestos en los que un grupo hidroxilo (grupo -OH) está unido a un átomo de carbono en forma de

un alcohol y/o compuesto hidroxilado aromático.

<Composición hidroxilada: alcohol>

- 5 Según la definición de la IUPAC (Regla C-201), los alcoholes son "compuestos en los que un grupo hidroxilo, -OH, está unido a un átomo de carbono saturado:  $R_3COH$ ", y se refieren a un compuesto hidroxilado representado por la fórmula (45) siguiente:



10 (en la que

- 15  $R^{20}$  representa un grupo compuesto por un grupo alifático que tiene de 1 a 50 átomos de carbono sustituidos con g grupos hidroxilo o un grupo alifático que tiene de 7 a 50 átomos de carbono al que está unido un grupo aromático, un grupo OH del alcohol representado por la fórmula (45) es un grupo OH no unido a un grupo aromático, y g representa un número entero de 1 a 5, a condición de que  $R^{20}$  sea un grupo que no tiene un hidrógeno activo que no sea el del grupo hidroxilo.)

20 Aunque la expresión "hidrógeno activo" se utiliza en la explicación anterior, un "hidrógeno activo" se refiere a un átomo de hidrógeno unido a un átomo de oxígeno, átomo de azufre, átomo de nitrógeno o átomo de silicio y similares (con exclusión entre grupos hidroxilo aromáticos), y un átomo de hidrógeno de un grupo metino terminal. Entre los ejemplos de estos hidrógenos activos se pueden incluir hidrógeno contenido en un grupo atómico tal como, un grupo -OH, un grupo  $C(=O)OH$ , un grupo  $C(=O)H$ , un grupo -SH, un grupo  $-SO_3H$ , un grupo  $-SO_2H$ , un grupo -SOH, un grupo  $-NH_2$ , un grupo -NH, un grupo -SiH o un grupo  $-C\equiv CH$ . Aunque un grupo hidroxilo (grupos -OH) también contiene un hidrógeno activo, ya que el grupo hidroxilo está contenido en la composición o las materias primas de la reacción de la presente realización y no tiene un efecto perjudicial sobre la misma, salvo que se indique específicamente lo contrario, se excluyen los grupos hidroxilo entre grupos que contienen hidrógeno activo. Aunque, la expresión "hidrógeno activo" se utiliza con frecuencia en otros lugares de la presente realización, la definición descrita anteriormente también se aplica a la misma.

30 Entre los ejemplos entre grupos hidrocarburo alifáticos de  $R^{20}$  se pueden incluir grupos hidrocarburo alifáticos, en los que los átomos distintos de átomos de hidrógeno que componen el grupo son átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o halógenos). Entre los ejemplos preferentes entre grupos alifáticos se pueden incluir grupos en los que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre grupos hidrocarburo lineales y grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Además, entre los ejemplos entre grupos alifáticos a los que está unido un grupo aromático se pueden incluir grupos en los que un grupo alquilo lineal y/o ramificado o un grupo cicloalquilo está sustituido con un grupo aromático, y los grupos en los que el grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono está sustituido con el grupo aromático que tiene de 6 a 49 átomos de carbono. Como se ha explicado anteriormente, el grupo aromático se refiere, preferentemente, a un grupo aromático en el que los átomos distintos de átomos de hidrógeno que componen el grupo aromático son átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o de halógeno), ejemplos de los cuales pueden incluir un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico reticulado, un grupo aromático de ensamblaje en anillo y un grupo aromático heterocíclico, y es, más preferentemente, un grupo fenilo sustituido y/o no sustituido, un grupo naftilo sustituido y/o no sustituido o un grupo antrilo sustituido y/o no sustituido.

50 Entre los ejemplos de este  $R^{20}$  se pueden incluir grupos alquilo y/o grupos cicloalquilo y/o grupos cicloalquilo sustituidos con un grupo alquilo y/o grupos alquilo sustituidos con un grupo cicloalquilo, tales como, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un grupo octilo, un grupo nonilo, un grupo decilo, un grupo dodecilo, un grupo octadecilo, un grupo ciclopentilo, un grupo ciclohexilo, un grupo cicloheptilo, un grupo ciclooctilo, un grupo metiliciclopentilo, un grupo etiliciclopentilo, un grupo metiliciclohexilo, un grupo etiliciclohexilo, un grupo propiliciclohexilo, un grupo butiliciclohexilo, un grupo pentiliciclohexilo, un grupo hexiliciclohexilo, un grupo dimetiliciclohexilo, un grupo dietiliciclohexilo o un grupo dibutiliciclohexilo; y grupos aralquilo, tales como, un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo, un grupo fenilpropilo, un grupo fenilbutilo, un grupo fenilpentilo, un grupo fenilhexilo, un grupo fenilheptilo, un grupo feniloctilo o un grupo fenilnonilo.

60 Entre estos alcoholes, son preferentes los alcoholes que tienen uno o dos grupos hidroxilo alcohólicos (grupos hidroxilo añadidos directamente a un átomo de carbono distinto del de un grupo aromático que compone el compuesto hidroxilado) teniendo en cuenta la utilización industrial debido a su viscosidad normalmente baja, mientras que son preferentes los monoalcoholes en los que el número entre grupos hidroxilo alcohólicos es 1.

65 Entre los ejemplos específicos se pueden incluir alcoholes alquílicos y/o alcoholes cicloalquílicos y/o alcoholes cicloalquílicos sustituidos con un grupo alquilo y/o alcoholes alquílicos sustituidos con un grupo cicloalquilo, tales

como, metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, nonanol, decanol, dodecanol, octadecanol, ciclopentanol, ciclohexanol, cicloheptanol, ciclooctanol, metilciclopentanol, etilciclopentanol, metilciclohexanol, etilciclohexanol, propilciclohexanol, butilciclohexanol, pentilciclohexanol, hexilciclohexanol, dimetilciclohexanol, dietilciclohexanol o dibutilciclohexanol; y alcoholes alquílicos sustituidos con un grupo arilo, tales como, fenilmetanol, feniletanol, fenilpropanol, fenilbutanol, fenilpentanol, fenilhexanol, fenilheptanol, feniloctanol o fenilnonanol.

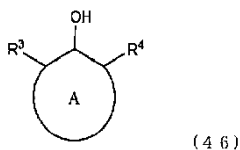
Entre estos, preferentemente, se utilizan alcoholes alquílicos que tienen de 1 a 20 átomos de carbono desde los puntos de vista de facilidad de adquisición, solubilidad de los productos y materias primas, y similares.

<Composición hidroxilada: compuesto hidroxilado aromático>

A continuación se da a conocer una explicación del caso en el que el compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada es un compuesto hidroxilado aromático. En este caso, la composición hidroxilada se refiere con frecuencia a una composición hidroxilada aromática. En el presente documento, los compuestos hidroxilados aromáticos se clasifican como fenoles y se refieren a "compuestos que tienen uno o más grupos hidroxilados unidos a un anillo de benceno u otro areno" como se indica en la definición de la IUPAC (Regla C -202-).

El compuesto hidroxilado aromático es, preferentemente, un compuesto hidroxilado aromático de monovalente a trivalente (es decir, aquel en el que el número entre grupos hidroxilados unidos al anillo aromático es un número entero de 1 a 3) en consideración de la utilización industrial debido a la viscosidad normalmente baja del mismo, mientras que un compuesto hidroxilado aromático monovalente (es decir, aquel en el que el número entre grupos hidroxilados unidos al anillo aromático es 1) es más preferente.

Un compuesto hidroxilado aromático que compone (o está contenido en) la composición hidroxilada aromática es, como mínimo, un tipo de compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (46) siguiente:



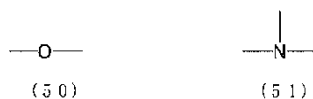
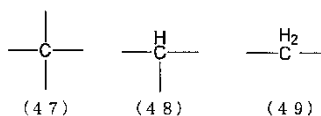
(en la que

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático opcionalmente sustituido y puede ser monocíclico o policíclico,

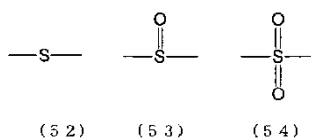
R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> representan, respectiva e independientemente, un átomo de hidrógeno o un grupo orgánico,

el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50, y R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> pueden unirse a A para formar una estructura de anillo).

Entre los ejemplos de sustituyentes que sustituyen un grupo aromático de un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (46) anterior se pueden incluir grupos seleccionados entre un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alifático y un grupo aromático que se componen entre grupos de hidrocarburo acíclicos o grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo de anillo heteroreticulado o un grupo heterocíclico), los grupos unidos a uno o más tipos entre grupos seleccionados grupos de hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están unidos a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (átomo de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). Además, un enlace covalente con un átomo no metálico específico como se ha descrito anteriormente (átomo de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) se refiere a un estado en el que, por ejemplo, un grupo representado por las fórmulas (47) a (54) anteriores y los grupos mencionados anteriormente están unidos con un enlace covalente.







Entre dichos sustituyentes, los sustituyentes que pueden utilizarse preferentemente en la presente realización en consideración de la menor susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias contienen grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo o un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral) y los grupos unidos a, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre este grupo (grupos mutuamente sustituidos).

En la fórmula (46) anterior,  $R^3$  y  $R^4$  son, preferentemente, grupos definidos por los siguientes (i) a (v):

- (i) un átomo de hidrógeno,
- (ii) un átomo de halógeno,
- (iii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de nitrógeno y el átomo de nitrógeno es un átomo de nitrógeno secundario o terciario (es decir, un átomo de nitrógeno que forma un enlace -NH- o nitrógeno que no se une a hidrógeno) y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo el hidrógeno unido al átomo de nitrógeno en la posición  $\alpha$ ),
- (iv) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono y que no contiene hidrógeno activo, y
- (v) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno y que no contiene hidrógeno activo.

Aunque la expresión "átomo en la posición  $\alpha$ " se utiliza en la explicación anterior, un "átomo en la posición  $\alpha$ " se refiere a un átomo que compone el  $R^3$  y  $R^4$  que es adyacente a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están unidos los grupos  $R^3$  y  $R^4$ .

Aunque se ha explicado anteriormente, un "hidrógeno activo" se refiere a un átomo de hidrógeno unido a un átomo de oxígeno, un átomo de azufre, un átomo de nitrógeno o un átomo de silicio y similares (con exclusión entre grupos hidroxil aromáticos), y un átomo de hidrógeno de un grupo metino terminal. Entre los ejemplos de estos hidrógenos activos se pueden incluir hidrógeno contenido en un grupo atómico tal como, un grupo -OH, un grupo C(=O)OH, un grupo C(=O)H, un grupo -SH, un grupo -SO<sub>3</sub>H, un grupo -SO<sub>2</sub>H, un grupo -SOH, un grupo -NH<sub>2</sub>, un grupo -NH, un grupo -SiH o un grupo -C≡CH. Aunque un grupo hidroxil aromático (grupo -OH unido directamente a un anillo aromático) también contiene un hidrógeno activo, ya que el grupo hidroxil está contenido en la composición o las materias primas de la reacción de la presente realización y no tiene un efecto perjudicial sobre la misma, se excluyen los grupos hidroxil aromáticos entre grupos que contienen hidrógeno activo.

En el caso de la transferencia de una composición que contiene un éster del ácido carbámico N-sustituido a alta temperatura o en el caso de la reacción de una amina orgánica, es preferente un derivado del ácido carbónico y un compuesto hidroxilado aromático y la obtención de un éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido a una temperatura alta, un compuesto hidroxilado aromático en el que el sustituyente que sustituye al anillo A del compuesto hidroxilado aromático (excluyendo  $R^3$  y  $R^4$ ) es un sustituyente inactivo. En el presente documento, un sustituyente inactivo se refiere a un grupo en el que el sustituyente inactivo no contiene un hidrógeno activo, tal como, se ha descrito anteriormente (aunque puede tener un grupo hidroxil aromático).

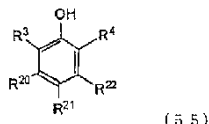
Ejemplos de dichos sustituyentes que sustituyen al anillo A (excluyendo  $R^3$  y  $R^4$ ) pueden incluir un grupo seleccionado entre grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (éter de alquilo y/o éter de arilo y/o éter de aralquilo sustituidos y/o no sustituidos); un grupo al que está unido un grupo seleccionado entre uno o más tipos entre grupos mencionados anteriormente; un grupo seleccionado entre grupos en los que un grupo seleccionado entre uno o más tipos entre grupos mencionados anteriormente se selecciona entre los grupos compuestos por un grupo unido con un enlace de hidrocarburo saturado y/o un enlace éter; y, un grupo que es un átomo de halógeno y en la que el total del número de átomos de carbono que componen el anillo A y el número de átomos de carbono que componen todos los sustituyentes que sustituyen al anillo sustituido A es un número entero de 6-50.

Además, en la definición mencionada anteriormente (iii), se describe el caso en el que un átomo de nitrógeno en la posición  $\alpha$  de  $R^3$  y  $R^4$  es un átomo de nitrógeno que forma un enlace -NH-. Según la definición de un "hidrógeno activo" como se ha descrito anteriormente, un átomo de hidrógeno de este enlace -NH- es también un hidrógeno activo. Sin embargo, como resultado de los estudios realizados por los inventores de la presente invención, un átomo de hidrógeno unido a un átomo de nitrógeno en la posición  $\alpha$  tiene una reactividad baja y, en la presente realización, se determinó que apenas tenía efectos perjudiciales. Los inventores de la presente invención supusieron que esto se debía al impedimento estérico atribuible a un grupo hidroxil.

En la fórmula (46) anterior, entre los ejemplos de anillo A se pueden incluir un anillo de benceno, un anillo de

naftaleno, un anillo de antraceno, un anillo de fenantreno, un anillo de naftaceno, un anillo de criseno, un anillo de pireno, un anillo de trifenileno, un anillo de pentaleno, un anillo de azuleno, un anillo de heptaleno, un anillo de indaceno, un anillo de bifenileno, un anillo de acenaftileno, un anillo de aceantrileno y un anillo de acefenantrileno. Más preferentemente, el anillo A tiene una estructura que contiene, como mínimo, una estructura seleccionada entre un anillo de benceno y un anillo de naftaleno.

Por otra parte, considerando la utilización industrial, es preferente un compuesto hidroxilado aromático que se puede adquirir fácilmente y tiene un esqueleto de benceno del mismo. Entre los ejemplos preferentes de un compuesto hidroxilado aromático de este tipo se pueden incluir compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (55) siguiente:



(en la que

$R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^{20}$ ,  $R^{21}$  y  $R^{22}$ , respectiva e independientemente, representan un grupo seleccionado entre grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (éter de alquilo y/o éter de arilo y/o éter de aralquilo sustituidos y/o no sustituidos); un grupo al que está unido un grupo seleccionado entre uno o más tipos entre grupos anteriores; un grupo seleccionado entre grupos en los que uno o más tipos entre grupos anteriores se compone de un grupo unido con un enlace alifático saturado y/o enlace éter; un átomo de halógeno; o un átomo de hidrógeno, y el número total de átomos de carbono que componen los  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^{20}$ ,  $R^{21}$  y  $R^{22}$  es un número entero de 0 a 44).

En la fórmula (55) anterior,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^{20}$ ,  $R^{21}$  y  $R^{22}$  son, preferentemente, grupos seleccionados independientemente entre los grupos que se indican en los siguientes (i) a (v):

- (i) un átomo de hidrógeno,
- (ii) un átomo de halógeno,
- (iii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y los tres grupos unidos al átomo de carbono en la posición  $\alpha$  se seleccionan, respectiva e independientemente, entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo éter de polioxilalquilenalquilo que tiene de 2 a 43 átomos de carbono y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo al que están unidos uno o más tipos entre grupos anteriores y un átomo de hidrógeno,
- (iv) un grupo arilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, en el que el grupo arilo está sustituido por un sustituyente, el grupo arilo puede estar sustituido con de 1 a 5 de los sustituyentes indicados a continuación, y el sustituyente es un grupo seleccionado entre un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo que tiene de 1 a 38 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 4 a 38 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 38 átomos de carbono, un grupo éter de polioxilalquilenalquilo que tiene de 2 a 38 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 38 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 38 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 38 átomos de carbono y un grupo al que está unido uno o más tipos entre grupos anteriores, y
- (v) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y el grupo unido al átomo de oxígeno en la posición  $\alpha$  es un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo éter de polioxilalquilenalquilo que tiene de 2 a 44 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 44 átomos de carbono y un grupo al que están unidos uno o más tipos entre grupos anteriores.

Además, aunque la expresión "átomo en la posición  $\alpha$ " se utiliza en la explicación precedente de la fórmula (55) anterior, un "átomo en la posición  $\alpha$ " se refiere a un átomo que compone los  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^{20}$ ,  $R^{21}$  y  $R^{22}$  que es adyacente a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están unidos los grupos  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^{20}$ ,  $R^{21}$  y  $R^{22}$ .

Además, aunque la expresión "grupo aralquiloxi" se utiliza en la explicación anterior, un "grupo aralquiloxi" representa un grupo en el que un átomo de oxígeno está unido a un grupo aralquilo definido anteriormente.

Entre los ejemplos de estos  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^{20}$ ,  $R^{21}$  y  $R^{22}$  se pueden incluir grupos alquilo y/o grupos cicloalquilo y/o grupos cicloalquilo sustituidos con un grupo alquilo y/o grupos alquilo sustituido con un grupo cicloalquilo, tales como, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un

5 grupo octilo, un grupo nonilo, un grupo decilo, un grupo dodecilo, un grupo octadecilo, un grupo ciclopentilo, un grupo ciclohexilo, un grupo cicloheptilo, un grupo ciclooctilo, un grupo metilciclopentilo, un grupo etilciclopentilo, un grupo metilciclohexilo, un grupo etilciclohexilo, un grupo propilciclohexilo, un grupo butilciclohexilo, un grupo pentilciclohexilo, un grupo hexilciclohexilo, un grupo dimetilciclohexilo, un grupo dietilciclohexilo o un grupo dibutilciclohexilo; grupos alcoxi y/o grupos cicloalcoxi y/o grupos cicloalcoxi sustituidos con un grupo alcoxi y/o grupos alcoxi sustituidos con un grupo cicloalcoxi, tal como, un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propoxi, un grupo butiloxi, un grupo pentiloxi, un grupo hexiloxi, un grupo heptiloxi, un grupo octiloxi, un grupo noniloxi, un grupo deciloxi, un grupo dodeciloxi, un grupo octadeciloxi, un grupo ciclopentiloxi, un grupo ciclohexiloxi, un grupo cicloheptiloxi, un grupo ciclooctiloxi, un grupo metilciclopentiloxi, un grupo etilciclopentiloxi, un grupo metilciclohexiloxi, un grupo etilciclohexiloxi, un grupo propilciclohexiloxi, un grupo butilciclohexiloxi, un grupo pentilciclohexiloxi, un grupo hexilciclohexiloxi, un grupo dimetilciclohexiloxi, un grupo dietilciclohexiloxi o un grupo dibutilciclohexiloxi; grupos arilo sustituidos o no sustituidos, tales como, un grupo fenilo, un grupo metilfenilo, un grupo etilfenilo, un grupo propilfenilo, un grupo butilfenilo, un grupo pentilfenilo, un grupo hexilfenilo, un grupo heptilfenilo, un grupo octilfenilo, un grupo nonilfenilo, un grupo decilfenilo, un grupo bifenilo, un grupo dimetilfenilo, un grupo dietilfenilo, un grupo dipropilfenilo, un grupo dibutilfenilo, un grupo dipentilfenilo, un grupo dihexilfenilo, un grupo diheptilfenilo, un grupo terfenilo, un grupo trimetilfenilo, un grupo trietilfenilo, un grupo tripropilfenilo o un grupo tributilfenilo; grupos ariloxi sustituidos o no sustituidos, tales como, un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi, un grupo etilfenoxi, un grupo propilfenoxi, un grupo butilfenoxi, un grupo pentilfenoxi, un grupo hexilfenoxi, un grupo heptilfenoxi, un grupo octilfenoxi, un grupo nonilfenoxi, un grupo decilfenoxi, un grupo fenilfenoxi, un grupo dimetilfenoxi, un grupo dietilfenoxi, un grupo dipropilfenoxi, un grupo dibutilfenoxi, un grupo dipentilfenoxi, un grupo dihexilfenoxi, un grupo diheptilfenoxi, un grupo difenilfenoxi, un grupo trimetilfenoxi, un grupo trietilfenoxi, un grupo tripropilfenoxi o un grupo tributilfenoxi; grupos aralquilo, tales como, un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo, un grupo fenilpropilo, un grupo fenilbutilo, un grupo fenilpentilo, un grupo fenilhexilo, un grupo fenilheptilo, un grupo feniloctilo o un grupo fenilnonilo; y grupos aralquilo, tales como, un grupo fenilmetoxi, un grupo feniletoxi, un grupo fenilpropiloxi, un grupo fenilbutiloxi, un grupo fenilpentiloxi, un grupo fenilhexiloxi, un grupo fenilheptiloxi, un grupo feniloctiloxi o un grupo fenilnoniloxi.

Entre estos compuestos hidroxilados aromáticos, se utilizan, preferentemente, compuestos hidroxilados aromáticos en los que R<sup>20</sup> y R<sup>22</sup> son átomos de hidrógeno.

Entre los ejemplos preferentes de los compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (46) indicada anteriormente, así como ejemplos específicos de compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (55) mencionada anteriormente se pueden incluir clorofenol, bromofenol, diclorofenol, dibromofenol, triclorofenol, tribromofenol, fenol, metilfenol, etilfenol, propilfenol, butilfenol, pentilfenol, hexilfenol, heptilfenol, octilfenol, nonilfenol, decilfenol, dodecilfenol, octadecilfenol, dimetilfenol, dietilfenol, dipropilfenol, dibutilfenol, dipentilfenol, dihexilfenol, diheptilfenol, dioctilfenol, dinonilfenol, didecilfenol, didodecilfenol, dioctadecilfenol, trimetilfenol, trietilfenol, tripropilfenol, tributilfenol, tripentilfenol, trihexilfenol, triheptilfenol, trioctilfenol, trionilfenol, tridecilfenol, tridodecilfenol, trioctadecilfenol, (metoximetil)fenol, (etoximetil)fenol, (propoximetil)fenol, (butiloximetil)fenol, (pentiloximetil)fenol, (hexiloximetil)fenol, (heptiloximetil)fenol, (octiloximetil)fenol, (noniloximetil)fenol, (deciloximetil)fenol, (dodeciloximetil)fenol, (octadeciloximetil)fenol, (ciclopentiloximetil)fenol, (ciclohexiloximetil)fenol, (cicloheptiloximetil)fenol, (ciclooctiloximetil)fenol, (metilciclopentiloximetil)fenol, (etilciclopentiloximetil)fenol, (metilciclohexiloximetil)fenol, (etilciclohexiloximetil)fenol, (propilciclohexiloximetil)fenol, (butilciclohexiloximetil)fenol, (pentilciclohexiloximetil)fenol, (hexilciclohexiloximetil)fenol, (dimetilciclohexiloximetil)fenol, (dietilciclohexiloximetil)fenol, (dibutilciclohexiloximetil)fenol, (fenoximetil)fenol, (metilfenoximetil)fenol, (etilfenoximetil)fenol, (propilfenoximetil)fenol, (butilfenoximetil)fenol, (pentilfenoximetil)fenol, (hexilfenoximetil)fenol, (heptilfenoximetil)fenol, (octilfenoximetil)fenol, (nonilfenoximetil)fenol, (decilfenoximetil)fenol, (fenilfenoximetil)fenol, (dimetilfenoximetil)fenol, (dietilfenoximetil)fenol, (dipropilfenoximetil)fenol, (dibutilfenoximetil)fenol, (dipentilfenoximetil)fenol, (dihexilfenoximetil)fenol, (diheptilfenoximetil)fenol, (difenilfenoximetil)fenol, (trimetilfenoximetil)fenol, (trietilfenoximetil)fenol, (tripropilfenoximetil)fenol, (tributilfenoximetil)fenol, (fenilmetoximetil)fenol, (feniletoximetil)fenol, (fenilpropiloximetil)fenol, (fenilbutiloximetil)fenol, (fenilpentiloximetil)fenol, (fenilhexiloximetil)fenol, (fenilheptiloximetil)fenol, (feniloctiloximetil)fenol, (fenilnoniloximetil)fenol, di(metoximetil)fenol, di(etoximetil)fenol, di(propoximetil)fenol, di(butiloximetil)fenol, di(pentiloximetil)fenol, di(hexiloximetil)fenol, di(heptiloximetil)fenol, di(octiloximetil)fenol, di(noniloximetil)fenol, di(deciloximetil)fenol, di(dodeciloximetil)fenol, di(octadeciloximetil)fenol, di(ciclopentiloximetil)fenol, di(ciclohexiloximetil)fenol, di(cicloheptiloximetil)fenol, di(ciclooctiloximetil)fenol, di(metilciclopentiloximetil)fenol, di(etilciclopentiloximetil)fenol, di(metilciclohexiloximetil)fenol, di(etilciclohexiloximetil)fenol, di(propilciclohexiloximetil)fenol, di(butilciclohexiloximetil)fenol, di(pentilciclohexiloximetil)fenol, di(hexilciclohexiloximetil)fenol, bis(dimetilciclohexiloximetil)fenol, bis(dietilciclohexiloximetil)fenol, bis(dibutilciclohexiloximetil)fenol, di(fenoximetil)fenol, di(metilfenoximetil)fenol, di(etilfenoximetil)fenol, di(propilfenoximetil)fenol, di(butilfenoximetil)fenol, di(pentilfenoximetil)fenol, di(hexilfenoximetil)fenol, di(heptilfenoximetil)fenol, di(octilfenoximetil)fenol, di(nonilfenoximetil)fenol, di(decilfenoximetil)fenol, di(fenilfenoximetil)fenol, bis(dimetilfenoximetil)fenol, bis(dietilfenoximetil)fenol, bis(dipropilfenoximetil)fenol, bis(dibutilfenoximetil)fenol, bis(dipentilfenoximetil)fenol, bis(dihexilfenoximetil)fenol, bis(diheptilfenoximetil)fenol, bis(difenilfenoximetil)fenol, di(trimetilfenoximetil)fenol, di(trietilfenoximetil)fenol, di(tripropilfenoximetil)fenol, di(tributilfenoximetil)fenol, di(fenilmetoximetil)fenol, di(feniletoximetil)fenol, di(fenilpropiloximetil)fenol, di(fenilbutiloximetil)fenol, di(fenilpentiloximetil)fenol, di(fenilhexiloximetil)fenol, di(fenilheptiloximetil)fenol,

di(fenilciclohexiloximetil)fenol, di(fenilnoniloximetil)fenol, tri(metoximetil)fenol, tri(etoximetil)fenol, tri(propoximetil)fenol,  
 tri(butiloximetil)fenol, tri(pentiloximetil)fenol, tri(hexiloximetil)fenol, tri(heptiloximetil)fenol, tri(octiloximetil)fenol,  
 tri(noniloximetil)fenol, tri(deciloximetil)fenol, tri(dodeciloximetil)fenol, tri(octadeciloximetil)fenol,  
 5 tri(ciclohexiloximetil)fenol, tri(cicloheptiloximetil)fenol, tri(ciclooctiloximetil)fenol,  
 tri(metilciclohexiloximetil)fenol, tri(etilciclohexiloximetil)fenol, tri(metilciclohexiloximetil)fenol,  
 tri(etilciclohexiloximetil)fenol, tri(propilciclohexiloximetil)fenol, tri(butilciclohexiloximetil)fenol,  
 tri(pentilciclohexiloximetil)fenol, tri(hexilciclohexiloximetil)fenol, bis(dimetilciclohexiloximetil)fenol,  
 bis(dietilciclohexiloximetil)fenol, bis(dibutilciclohexiloximetil)fenol, tri(fenoximetil)fenol, tri(metilfenoximetil)fenol,  
 10 tri(etilfenoximetil)fenol, tri(propilfenoximetil)fenol, tri(butilfenoximetil)fenol, tri(pentilfenoximetil)fenol,  
 tri(hexilfenoximetil)fenol, tri(heptilfenoximetil)fenol, tri(octilfenoximetil)fenol, tri(nonilfenoximetil)fenol,  
 tri(decilfenoximetil)fenol, tri(fenilfenoximetil)fenol, bis(dimetilfenoximetil)fenol, bis(dietilfenoximetil)fenol,  
 bis(dipropilfenoximetil)fenol, bis(dibutilfenoximetil)fenol, bis(dipentilfenoximetil)fenol, bis(dihexilfenoximetil)fenol,  
 bis(diheptilfenoximetil)fenol, bis(difenilfenoximetil)fenol, tri(trimetilfenoximetil)fenol, tri(trietilfenoximetil)fenol,  
 15 tri(tripropilfenoximetil)fenol, tri(tributilfenoximetil)fenol, tri(fenilmetoximetil)fenol, tri(fenilettoximetil)fenol,  
 tri(fenilpropiloximetil)fenol, tri(fenilbutiloximetil)fenol, tri(fenilpentiloximetil)fenol, tri(fenilhexiloximetil)fenol,  
 tri(fenilheptiloximetil)fenol, tri(fenilciclohexiloximetil)fenol, tri(fenilnoniloximetil)fenol, (fenilmetil)fenol, ((metilfenil)metil)fenol,  
 ((etilfenil)metil)fenol, ((propilfenil)metil)fenol, ((butilfenil)metil)fenol, ((pentilfenil)metil)fenol, ((hexilfenil)metil)fenol,  
 ((heptilfenil)metil)fenol, ((octilfenil)metil)fenol, ((nonilfenil)metil)fenol, ((decilfenil)metil)fenol, ((bifenil)metil)fenol,  
 ((dimetilfenil)metil)fenol, ((dientilfenil)metil)fenol, ((dipropilfenil)metil)fenol, ((dibutilfenil)metil)fenol,  
 20 ((dipentilfenil)metil)fenol, ((dihexilfenil)metil)fenol, ((diheptilfenil)metil)fenol, ((terfenil)metil)fenol,  
 ((trietilfenil)metil)fenol, ((trietilfenil)metil)fenol, ((tripropilfenil)metil)fenol, ((tributilfenil)metil)fenol, di(fenilmetil)fenol,  
 di((metilfenil)metil)fenol, di((etilfenil)metil)fenol, di((propilfenil)metil)fenol, di((butilfenil)metil)fenol, di((pentilfenil)metil)fenol,  
 di((pentilfenil)metil)fenol, di((hexilfenil)metil)fenol, di((heptilfenil)metil)fenol, di((octilfenil)metil)fenol,  
 di((nonilfenil)metil)fenol, di((decilfenil)metil)fenol, di((bifenil)metil)fenol, di((dimetilfenil)metil)fenol,  
 25 di((dientilfenil)metil)fenol, di((dipropilfenil)metil)fenol, di((dibutilfenil)metil)fenol, di((dipentilfenil)metil)fenol,  
 di((dihexilfenil)metil)fenol, di((diheptilfenil)metil)fenol, di((terfenil)metil)fenol, di((trimetilfenil)metil)fenol,  
 di((trietilfenil)metil)fenol, di((tripropilfenil)metil)fenol, di((tributilfenil)metil)fenol, tri(fenilmetil)fenol,  
 tri((metilfenil)metil)fenol, tri((etilfenil)metil)fenol, tri((propilfenil)metil)fenol, tri((butilfenil)metil)fenol,  
 30 tri((pentilfenil)metil)fenol, tri((hexilfenil)metil)fenol, tri((heptilfenil)metil)fenol, tri((octilfenil)metil)fenol,  
 tri((nonilfenil)metil)fenol, tri((decilfenil)metil)fenol, tri((bifenil)metil)fenol, tri((dimetilfenil)metil)fenol,  
 tri((dientilfenil)metil)fenol, tri((dipropilfenil)metil)fenol, tri((dibutilfenil)metil)fenol, tri((dipentilfenil)metil)fenol,  
 tri((dihexilfenil)metil)fenol, tri((diheptilfenil)metil)fenol, tri((terfenil)metil)fenol, tri((trimetilfenil)metil)fenol,  
 tri((trietilfenil)metil)fenol, tri((tripropilfenil)metil)fenol, tri((tributilfenil)metil)fenol, feniletilfenol, fenil-n-propilfenol,  
 35 fenil-n-butilfenol, fenil-n-pentilfenol, fenil-n-hexilfenol, fenil-n-heptilfenol, fenil-n-octilfenol, fenil-n-nonilfenol,  
 (metilamino)fenol, (etilamino)fenol, (propilamino)fenol, (butilamino)fenol, (pentilamino)fenol, (hexilamino)fenol,  
 (heptilamino)fenol, (octilamino)fenol, (nonilamino)fenol, (decilamino)fenol, (dodecilamino)fenol, (octadecilamino)fenol,  
 di(metilamino)fenol, di(etilamino)fenol, di(propilamino)fenol, di(butilamino)fenol, di(pentilamino)fenol,  
 di(hexilamino)fenol, di(heptilamino)fenol, di(octilamino)fenol, di(nonilamino)fenol, di(decilamino)fenol,  
 di(dodecilamino)fenol, di(octadecilamino)fenol, tri(metilamino)fenol, tri(etilamino)fenol, tri(propilamino)fenol,  
 40 tri(butilamino)fenol, tri(pentilamino)fenol, tri(hexilamino)fenol, tri(heptilamino)fenol, tri(octilamino)fenol,  
 tri(nonilamino)fenol, tri(decilamino)fenol, tri(dodecilamino)fenol, tri(octadecilamino)fenol, metoxifenol, etoxifenol,  
 propiloxifenol, butiloxifenol, pentiloxifenol, hexiloxifenol, heptiloxifenol, octiloxifenol, noniloxifenol, deciloxifenol,  
 dodeciloxifenol, octadeciloxifenol, ciclohexiloxifenol, cicloheptiloxifenol, ciclooctiloxifenol, ciclohexiloxifenol, cicloheptiloxifenol,  
 45 (metilciclohexiloxi)fenol, (etilciclohexiloxi)fenol, (metilciclohexiloxi)fenol, (etilciclohexiloxi)fenol,  
 (propilciclohexiloxi)fenol, (butilciclohexiloxi)fenol, (pentilciclohexiloxi)fenol, (hexilciclohexiloxi)fenol,  
 (dimetilciclohexiloxi)fenol, (dientilciclohexiloxi)fenol, (dibutilciclohexiloxi)fenol, fenoxifenol, (metilfeniloxi)fenol,  
 (etilfeniloxi)fenol, (propilfeniloxi)fenol, (butilfeniloxi)fenol, (pentilfeniloxi)fenol, (hexilfeniloxi)fenol, (heptilfeniloxi)fenol,  
 (octilfeniloxi)fenol, (nonilfeniloxi)fenol, (decilfeniloxi)fenol, (bifeniloxifenol), (dimetilfeniloxi)fenol, (dientilfeniloxi)fenol,  
 (dipropilfeniloxi)fenol, (dibutilfeniloxi)fenol, (dipentilfeniloxi)fenol, (dihexilfeniloxi)fenol, (diheptilfeniloxi)fenol,  
 50 terfeniloxifenol, (trimetilfeniloxi)fenol, (trietilfeniloxi)fenol, (tripropilfeniloxi)fenol, (tributilfeniloxi)fenol,  
 (fenilmetiloxi)fenol, (feniletiloxi)fenol, (fenilpropiloxi)fenol, (fenilbutiloxi)fenol, (fenilpentiloxi)fenol, (fenilhexiloxi)fenol,  
 (fenilheptiloxi)fenol, (fenilciclohexiloxi)fenol, (fenilnoniloxi)fenol, dimetoxifenol, dietoxifenol, dipropiloxifenol, dibutiloxifenol,  
 dipentiloxifenol, dihexiloxifenol, diheptiloxifenol, dioctiloxifenol, dinoniloxifenol, didodeciloxifenol, didodeciloxifenol,  
 dioctadeciloxifenol, diciclohexiloxifenol, dicicloheptiloxifenol, diciclooctiloxifenol,  
 55 di(metilciclohexiloxi)fenol, di(etilciclohexiloxi)fenol, di(metilciclohexiloxi)fenol, di(etilciclohexiloxi)fenol,  
 di(propilciclohexiloxi)fenol, di(butilciclohexiloxi)fenol, di(pentilciclohexiloxi)fenol, di(hexilciclohexiloxi)fenol,  
 bis(dimetilciclohexiloxi)fenol, bis(dientilciclohexiloxi)fenol, bis(dibutilciclohexiloxi)fenol, bis(dibutilciclohexiloxi)fenol, feniloxifenol,  
 di(metilfeniloxi)fenol, di(etilfeniloxi)fenol, di(propilfeniloxi)fenol, di(butilfeniloxi)fenol, di(pentilfeniloxi)fenol,  
 di(hexilfeniloxi)fenol, di(heptilfeniloxi)fenol, di(octilfeniloxi)fenol, di(nonilfeniloxi)fenol, di(decilfeniloxi)fenol,  
 60 dibifeniloxifenol, bis(dimetilfeniloxi)fenol, bis(dientilfeniloxi)fenol, bis(dipropilfeniloxi)fenol, bis(dibutilfeniloxi)fenol,  
 bis(dipentilfeniloxi)fenol, bis(dihexilfeniloxi)fenol, bis(diheptilfeniloxi)fenol, diterfeniloxifenol, di(trimetilfeniloxi)fenol,  
 di(trietilfeniloxi)fenol, di(tripropilfeniloxi)fenol, di(tributilfeniloxi)fenol, di(fenilmetiloxi)fenol, di(feniletiloxi)fenol,  
 di(fenilpropiloxi)fenol, di(fenilbutiloxi)fenol, di(fenilpentiloxi)fenol, di(fenilhexiloxi)fenol, di(fenilheptiloxi)fenol,  
 di(fenilciclohexiloxi)fenol, di(fenilnoniloxi)fenol, trimetoxifenol, trietoxifenol, tripropiloxifenol, tributiloxifenol, tripentiloxifenol,  
 65 trihexiloxifenol, triheptiloxifenol, trioctiloxifenol, trinoniloxifenol, trideciloxifenol, trideciloxifenol, trioctadeciloxifenol,  
 triciclohexiloxifenol, tricicloheptiloxifenol, triciclooctiloxifenol, tri(metilciclohexiloxi)fenol,

tri(etilciclohexiloxi)fenol, tri(metilciclohexiloxi)fenol, tri(etilciclohexiloxi)fenol, tri(propilciclohexiloxi)fenol, tri(butilciclohexiloxi)fenol, tri(pentilciclohexiloxi)fenol, tri(hexilciclohexiloxi)fenol, tri(dimetilciclohexiloxi)fenol, tri(dietilciclohexiloxi)fenol, tri(dibutilciclohexiloxi)fenol, feniloxifenol, tri(metilfeniloxi)fenol, tri(etilfeniloxi)fenol, tri(propilfeniloxi)fenol, tri(butilfeniloxi)fenol, tri(pentilfeniloxi)fenol, tri(hexilfeniloxi)fenol, tri(heptilfeniloxi)fenol, tri(octilfeniloxi)fenol, tri(nonilfeniloxi)fenol, tri(decilfeniloxi)fenol, tribifeniloxifenol, tri(dimetilfeniloxi)fenol, tri(dietilfeniloxi)fenol, tri(dipropilfeniloxi)fenol, tri(dibutilfeniloxi)fenol, tri(dipentilfeniloxi)fenol, tri(dihexilfeniloxi)fenol, tri(diheptilfeniloxi)fenol, tri(terfeniloxifenol), tri(trimetilfeniloxi)fenol, tri(trietilfeniloxi)fenol, tri(tripropilfeniloxi)fenol, tri(tributilfeniloxi)fenol, tri(fenilmetiloxi)fenol, tri(feniletiloxi)fenol, tri(fenilpropiloxi)fenol, tri(fenilbutiloxi)fenol, tri(fenilpentiloxi)fenol, tri(fenilhexiloxi)fenol, tri(fenilheptiloxi)fenol, tri(feniloctiloxi)fenol, tri(fenilnoniloxi)fenol, fenilfenol, hidroxifenilfenol, hidroxifenoxifenol, hidroxifenilpropilfenol y naftol.

Los ejemplos más preferentes de los compuestos hidroxilados aromáticos mencionados anteriormente pueden incluir aquellos en los que el número de átomos de carbono que componen los  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^{20}$ ,  $R^{21}$  y  $R^{22}$  es de 0 a 13 debido a la facilidad de transferencia de los mismos. Más preferentemente, el compuesto hidroxilado aromático es un compuesto hidroxilado aromático en el que  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^{20}$ ,  $R^{21}$  y  $R^{22}$  son grupos que tienen 0 a 9 átomos de carbono seleccionados entre un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo opcionalmente sustituido, un grupo alcoxi lineal o ramificado, un grupo ariloxi opcionalmente sustituido y un grupo aralquilo opcionalmente sustituido.

Además, el compuesto hidroxilado aromático forma un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (cuyos detalles se describen más adelante) y el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se utiliza en forma de un derivado de isocianato. Aunque los detalles de un procedimiento para producir un isocianato derivado de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido a partir del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se describirán más adelante en el presente documento, este procedimiento implica la obtención de un compuesto hidroxilado aromático derivado del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y un isocianato mediante descomposición térmica del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Considerando la fórmula de reacción, el compuesto hidroxilado aromático formado en ese momento es un compuesto hidroxilado aromático contenido en la composición hidroxilada aromática utilizada cuando se produce el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Es decir, un compuesto hidroxilado aromático de fórmula (46) y, preferentemente, de fórmula (55), se produce como subproducto junto con isocianato durante la descomposición térmica del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. En una de las presentes realizaciones, aunque dependiendo del caso particular, el compuesto hidroxilado aromático y el isocianato se separan mediante destilación después de la etapa de descomposición térmica, y el compuesto hidroxilado aromático separado pueden reciclarse en forma de una composición hidroxilada aromática en la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y el compuesto hidroxilado aromático. Por lo tanto, considerando el proceso a través de la etapa de producción de isocianato, es necesario tener en cuenta la capacidad de separación del compuesto hidroxilado aromático que sirve como materia prima del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y el isocianato formado a partir del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Aunque es difícil definir en general la capacidad de separación, se define sobre la base del hallazgo de que, en general, dos componentes que se van a separar se pueden separar adecuadamente mediante destilación desde el punto de vista industrial si los puntos de ebullición normales de los mismos están separados por 10°C o más. Por lo tanto, esta definición se refiere a un valor que está limitado por los medios de separación conocidos en la actualidad y no está destinado a servir como base de la presente realización.

La siguiente tabla (1) indica los puntos de ebullición estándar de compuestos hidroxilados aromáticos o puntos de ebullición a presión reducida en el caso en que la medición de los mismos sea difícil a presión normal. Aunque la reactividad del compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática utilizada en la presente realización con un compuesto que contiene un grupo ureido y/o un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido (los detalles con respecto a este éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido se describirán más adelante en el presente documento) y/o urea es importante, el punto de ebullición estándar es también un índice de selección importante con respecto a la separación de cada componente. Como se muestra en la siguiente tabla (1), los tipos y el número de sustituyentes, las ubicaciones de los sustituyentes y similares tienen una influencia considerable en el punto de ebullición del compuesto hidroxilado aromático. El punto de ebullición es una propiedad física que también depende de las fuerzas intermoleculares y los expertos en la materia saben habitualmente que no se puede definir mediante la estructura de una sola molécula. Por lo tanto, la selección de un compuesto hidroxilado aromático según un aspecto importante de la presente invención en forma de punto de ebullición estándar se lleva a cabo mediante la medición o la investigación de la estructura y las propiedades (punto de ebullición estándar) del éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (cuyos detalles se describirán más adelante en el presente documento) y/o isocianato. La medición del punto de ebullición estándar puede llevarse a cabo con procedimientos conocidos y lo puede realizar de forma rutinaria un investigador con experiencia ordinaria en el sector técnico pertinente. Como se ha descrito anteriormente, es difícil definir la separación de compuestos hidroxilados aromáticos utilizados en la presente invención con una estructura, tal como, una fórmula general, y el procedimiento previsto de la presente realización no es predecir el punto de ebullición estándar de un compuesto hidroxilado aromático. Por lo tanto, un experto en la materia puede llevar a cabo la presente realización haciendo referencia a la medición del punto de ebullición estándar correspondiente al compuesto utilizado como se ha descrito anteriormente.

Tabla 1

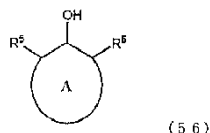
Compuestos hidroxilados aromáticos	Punto de ebullición °C (los valores entre paréntesis indican la presión durante la medición y la ausencia de valores entre paréntesis significa que la medición se llevó a cabo a presión normal)
Fenol	182
2-metilfenol	191
3-metilfenol	203
4-metilfenol	-202-
2,4-dimetilfenol	211
2,6-dimetilfenol	203
2,5-dimetilfenol	212
3,4-dimetilfenol	227
3,5-dimetilfenol	222
2,4,6-trimetilfenol	220
4-propilfenol	232
2-propilfenol	225
2-(propan-2-il)fenol	212
4-(propan-2-il)fenol	212
3-(propan-2-il)fenol	228
2,6-dierilfenol	219
4-butilfenol	138-139 (2,40 kPa)
4-pentilfenol	250
2-(2-metilbutan-2-il)fenol	92 (0,53 kPa)
2,4-bis(propan-2-il)fenol	249
2,6-bis(propan-2-il)fenol	256
2-(fenilmetil)fenol	312
3,5-dimetoxifenol	172 (2,27 kPa)
2,6-dimetoxifenol	167 (1,33 kPa)
2-etoxifenol	216
4-heptilfenol	156 (1,20 kPa)
4-octilfenol	150 (0,53 kPa) (lit.)
4-butoxifenol	278
4-(2,4,4-trimetilpentan-2-il)fenol	175 (4,00 kPa)
2,4-bis(2-metilbutan-2-il)fenol	170 (0,267 kPa)
Naftalen-2-ol	285
Naftalen-1-ol	278
Pirocatecol	245
Resorcinol	178 (2,13 kPa)
Hidroquinona	285
Pirogalol	309
2-bromofenol	195
3-bromofenol	236
4-bromofenol	235-236
2-clorofenol	175-176
3-clorofenol	214
4-clorofenol	220
4-cloro-2-metilfenol	220-225
2-cloro-4-metilfenol	195-196

5 A continuación, se da una explicación de un compuesto hidroxilado aromático activo. Los compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (46) y/o la fórmula (55) mencionadas anteriormente se pueden utilizar, preferentemente, como compuestos hidroxilados aromáticos que componen la composición hidroxilada aromática utilizada en la composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Además, estos compuestos hidroxilados aromáticos también pueden utilizarse, preferentemente, como compuestos hidroxilados aromáticos que componen la composición hidroxilada aromática utilizada al producir un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante la reacción de la amina orgánica, el derivado del ácido

carbónico y la composición hidroxilada aromática o haciendo reaccionar el compuesto que tiene los grupos ureido y la composición hidroxilada aromática. Aunque los últimos compuestos hidroxilados aromáticos que componen la composición hidroxilada aromática utilizada para producir un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se incluyen en los representados por la fórmula (46) y/o la fórmula (55) mencionadas anteriormente, preferentemente incluyen compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (56) siguiente, en particular (los compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (56) siguiente se denominan con frecuencia "compuestos hidroxilados aromáticos activos" en la presente memoria descriptiva con el fin de indicar su facilidad de reacción). Estos compuestos hidroxilados aromáticos activos representados por la fórmula (56) siguiente, no solo se utilizan para producir un éster de ácido -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, sino que también pueden utilizarse solos como un compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática utilizada en la composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, o también se pueden utilizar como un tipo de compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática.

Como resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, en la producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido de la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada aromática, no se determinó que había casos en los que la velocidad de formación del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido varía considerablemente dependiendo del compuesto hidroxilado aromático utilizado. Como resultado de llevar a cabo más estudios adicionales más extensos, se descubrió que la velocidad de formación del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido depende del tipo de sustituyente en la posición orto con respecto al grupo hidroxilo del compuesto hidroxilado aromático utilizado y que cuando se utiliza el compuesto hidroxilado aromático que tiene un sustituyente específico en la posición orto, la velocidad de formación de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido es mucho mayor que en el caso de utilizar otros compuestos hidroxilados aromáticos. Este hallazgo del compuesto hidroxilado aromático específico que demuestra este efecto no se encuentra en la materia anterior y es sorprendente. Aunque el mecanismo por el que se demuestra este efecto no está claro, los inventores de la presente invención supusieron que los grupos hidroxilo que sirven como sitios de reacción se inhiben estéricamente en el caso de que el tamaño de un grupo unido a un átomo en la posición  $\alpha$  es igual o mayor que un tamaño específico.

Los compuestos hidroxilados aromáticos activos son compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (56) siguiente:



(en la que

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido,  $R^5$  y  $R^6$  representan, respectiva e independientemente, cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50, y

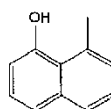
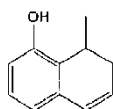
$R^5$  y  $R^6$  pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A:

(i) un átomo de hidrógeno,

(ii) un átomo de halógeno,

(iii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo el hidrógeno unido al átomo de nitrógeno en posición  $\alpha$ ), siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno secundario (es decir, un átomo de nitrógeno que forma un enlace -NH-),

(iv) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario o secundario (es decir, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace -CH<sub>2</sub>-), a condición de que en el caso del  $R^5$  y/o  $R^6$  forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo aromático A y el anillo condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario como en el caso de, por ejemplo, la fórmula (57) o la fórmula (58) siguientes y en el caso en que el carbono en la posición  $\alpha$  forma un doble enlace o triple enlace con un átomo en posición  $\beta$  (átomo que forma  $R^5$  y  $R^6$  y que también es adyacente a un átomo unido al anillo aromático del anillo A), así, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario:

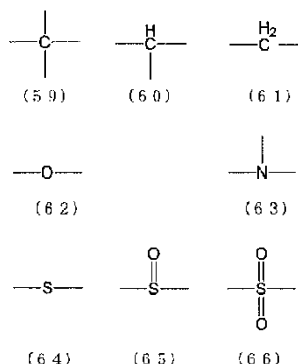


y

(v) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo).

5 Adicionalmente, aunque la expresión "átomo en la posición  $\alpha$ " se utiliza en la explicación anterior de la fórmula (56), un "átomo en la posición  $\alpha$ " se refiere a un átomo que compone el  $R^5$  y  $R^6$  que es adyacente a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están unidos los grupos  $R^5$  y  $R^6$ .

10 Un sustituyente que sustituye un grupo aromático de un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (56) anterior (excluyendo  $R^5$  y  $R^6$ ) se selecciona entre un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alifático y un grupo aromático, es un grupo compuesto por un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo cíclico (tales como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo de anillo heterorreticulado o un grupo de anillo heterocíclico), un grupo unido de uno o más tipos entre grupos seleccionados entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos mencionados anteriormente, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están unidos a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (átomo de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio).  
15 Además, un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) como se ha descrito anteriormente, está en un estado en el que los grupos mencionados anteriormente están unidos por un enlace covalente con, por ejemplo, grupos representados por las siguientes fórmulas (59) a (66).



30 Entre estos sustituyentes, los ejemplos de sustituyentes que pueden utilizarse preferentemente en la presente realización en consideración de la menor susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias pueden incluir grupos seleccionados entre grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo o un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral) y los grupos unidos a, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre este grupo (grupos mutuamente sustituidos).

35 En el caso de la transferencia de una composición que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido a una temperatura alta o en el caso de la reacción de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y un compuesto hidroxilado aromático y la obtención de un éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido a una temperatura alta, el sustituyente que sustituye al anillo A del compuesto hidroxilado aromático (excluyendo  $R^5$  y  $R^6$ ) es, preferentemente, un sustituyente inactivo en forma de un compuesto hidroxilado aromático. En el presente documento, un sustituyente inactivo se refiere a un grupo en el que el sustituyente inactivo no contiene un hidrógeno activo tal como, se ha descrito anteriormente (aunque puede tener un grupo hidroxilo aromático).

40 Ejemplos de dichos sustituyentes que sustituyen al anillo A (excluyendo  $R^5$  y  $R^6$ ) pueden incluir un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (éter de alquilo y/o éter de arilo y/o éter de aralquilo sustituidos y/o no sustituidos); un grupo al que está unido un grupo seleccionado entre uno o más tipos entre grupos mencionados anteriormente; un grupo seleccionado entre grupos en los que un grupo seleccionado entre uno o más tipos entre grupos mencionados anteriormente se selecciona entre los grupos compuestos por un grupo unido con un enlace de hidrocarburo saturado y/o un enlace éter; y, un grupo que es un átomo de halógeno y en el que el total del número de átomos de carbono que componen el anillo A y el número de átomos de carbono que componen todos los sustituyentes que sustituyen al anillo sustituto A es un número entero de 6 a 50.

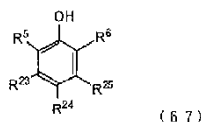
45 Además, en la definición mencionada anteriormente (iii), se describe el caso en el que un átomo de nitrógeno en la posición  $\alpha$  de  $R^5$  y  $R^6$  es un átomo de nitrógeno que forma un enlace -NH-. Según la definición del "hidrógeno activo"



como se ha descrito anteriormente, un átomo de hidrógeno de este enlace -NH- es también un hidrógeno activo. Sin embargo, como resultado de los estudios realizados por los inventores de la presente invención, un átomo de hidrógeno unido a un átomo de nitrógeno en la posición  $\alpha$  tiene una reactividad baja y, en la presente realización, se determinó que apenas tenía efectos perjudiciales. Los inventores de la presente invención supusieron que esto se debía al impedimento estérico atribuible a un grupo hidroxilo.

En la fórmula (56) anterior, entre los ejemplos de anillo A se pueden incluir un anillo de benceno, un anillo de naftaleno, un anillo de antraceno, un anillo de fenantreno, un anillo de naftaceno, un anillo de criseno, un anillo de pireno, un anillo de trifenileno, un anillo de pentaleno, un anillo de azuleno, un anillo de heptaleno, un anillo de indaceno, un anillo de bifenileno, un anillo de acenafileno, un anillo de aceantrileno y un anillo de acefenantrileno. Más preferentemente, el anillo A tiene una estructura que contiene, como mínimo, una estructura seleccionada entre un anillo de benceno y un anillo de naftaleno.

Por otra parte, considerando la utilización industrial, es preferente un compuesto hidroxilado aromático que se puede adquirir fácilmente y tiene un esqueleto de benceno del mismo. Entre los ejemplos preferentes de un compuesto hidroxilado aromático de este tipo se pueden incluir compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (67) siguiente:

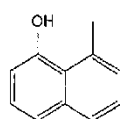
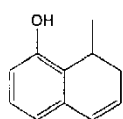


(en la que

$R^5$  y  $R^6$  son los grupos definidos anteriormente,  $R^{23}$ ,  $R^{24}$  y  $R^{25}$ , respectiva e independientemente, representan un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (éter de alquilo y/o éter de arilo y/o éter de aralquilo sustituidos y/o no sustituidos); un grupo al que está unido un grupo seleccionado entre uno o más tipos entre grupos anteriores; un grupo seleccionado entre grupos en los que uno o más tipos entre grupos anteriores se compone de un grupo unido con un enlace alifático saturado y/o un enlace éter; un átomo de halógeno; o un átomo de hidrógeno, y el número total de átomos de carbono que componen los  $R^5$ ,  $R^6$ ,  $R^{23}$ ,  $R^{24}$  y  $R^{25}$  es un número entero de 0 a 44).

En la fórmula (67) anterior,  $R^5$  y  $R^6$  son, preferentemente, grupos seleccionados independientemente entre los grupos que se indican en (i) a (v) más adelante:

- (i) un átomo de hidrógeno,
- (ii) un átomo de halógeno,
- (iii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo el hidrógeno unido al átomo de nitrógeno en la posición  $\alpha$ ), siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno secundario (es decir, un átomo de nitrógeno que forma un enlace -NH-), y el grupo unido al átomo de nitrógeno en posición  $\alpha$  se selecciona entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono y un grupo al que está unido uno o más tipos entre grupos mencionados anteriormente,
- (iv) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario o secundario (es decir, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace -CH<sub>2</sub>-), a condición de que en el caso de que  $R^5$  y/o  $R^6$  forman una estructura de anillo condensado saturada y/o insaturada con el anillo aromático A y el anillo condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, como en el caso de, por ejemplo, la fórmula (68) o la fórmula (69) siguientes. También en el caso de que el carbono en posición  $\alpha$  forma un enlace doble o enlace triple con un átomo en posición  $\beta$  (átomo que forma los  $R^5$  y  $R^6$  y que también es adyacente a un átomo unido al anillo aromático del anillo A), así como, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario:



y un grupo distinto entre un átomo de hidrógeno que está unido al átomo de carbono en posición  $\alpha$  es, respectiva e independientemente, un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un

grupo éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 43 átomos y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene 6 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, y un grupo al que está unido uno o más tipos entre grupos anteriores, y

- 5 (v) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 20, y que no contiene hidrógeno activo y el grupo unido al átomo de oxígeno en la posición  $\alpha$  es un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 44 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que  
10 tiene de 7 a 44 átomos de carbono y un grupo al que están unidos uno o más tipos entre grupos anteriores.

Además,  $R^{23}$ ,  $R^{24}$  y  $R^{25}$  son, preferentemente, grupos seleccionados independientemente entre los grupos indicados en de (vi) a (x) a continuación:

- 15 (vi) un átomo de hidrógeno,  
(vii) un átomo de halógeno,  
(viii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y tres grupos unidos al átomo de carbono en la posición  $\alpha$  se seleccionan, respectiva e  
20 independientemente, entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, entre un grupo alcoxi que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 43 átomos de carbono y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo al que están unidos uno o más tipos entre grupos anteriores y un átomo de hidrógeno,  
25 (ix) un grupo arilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, en el que el grupo arilo está sustituido por un sustituyente, el grupo arilo puede estar sustituido con de 1 a 5 de los sustituyentes indicados a continuación, y el sustituyente es un grupo seleccionado entre un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo que tiene de 1 a 38 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 4 a 38 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 38 átomos de carbono, un grupo éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 38 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el  
30 extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 38 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 38 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 38 átomos de carbono y un grupo al que está unido uno o más tipos entre grupos anteriores, y  
(x) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y el grupo unido al átomo de oxígeno en la posición  $\alpha$  es un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo alcoxi que  
35 tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 44 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 44 átomos de carbono y un grupo al que están unidos uno o más tipos entre grupos anteriores.  
40

Además, aunque la expresión "átomo en la posición  $\alpha$ " se utiliza en la explicación precedente de la fórmula (67) anterior, un "átomo en la posición  $\alpha$ " se refiere a un átomo que compone los  $R^5$ ,  $R^6$ ,  $R^{23}$ ,  $R^{24}$  y  $R^{25}$  que son adyacentes a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están unidos los grupos  $R^5$ ,  $R^6$ ,  $R^{23}$ ,  $R^{24}$  y  $R^{25}$ .

- 45 Entre los ejemplos de estos grupos  $R^{23}$ ,  $R^{24}$  y  $R^{25}$  se pueden incluir grupos alquilo y/o grupos cicloalquilo y/o grupos cicloalquilo sustituidos con un grupo alquilo y/o grupos alquilo sustituidos con un grupo cicloalquilo, tales como, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un grupo octilo, un grupo nonilo, un grupo decilo, un grupo dodecilo, un grupo octadecilo, un grupo ciclopentilo, un grupo ciclohexilo, un grupo cicloheptilo, un grupo ciclooctilo, un grupo metilciclopentilo, un grupo etilciclopentilo, un grupo metilciclohexilo, un grupo etilciclohexilo, un grupo propilciclohexilo, un grupo butilciclohexilo, un grupo pentilciclohexilo, un grupo hexilciclohexilo, un grupo dimetilciclohexilo, un grupo dietilciclohexilo o un grupo dibutilciclohexilo; grupos alcoxi y/o grupos cicloalcoxi y/o grupos cicloalcoxi sustituidos con un grupo alcoxi y/o  
50 grupos alcoxi sustituidos con un grupo cicloalcoxi, tal como, un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propoxi, un grupo butiloxi, un grupo pentiloxi, un grupo hexiloxi, un grupo heptiloxi, un grupo octiloxi, un grupo noniloxi, un grupo deciloxi, un grupo dodeciloxi, un grupo octadeciloxi, un grupo ciclopentiloxi, un grupo ciclohexiloxi, un grupo cicloheptiloxi, un grupo ciclooctiloxi, un grupo metilciclopentiloxi, un grupo etilciclopentiloxi, un grupo metilciclohexiloxi, un grupo etilciclohexiloxi, un grupo propilciclohexiloxi, un grupo butilciclohexiloxi, un grupo pentilciclohexiloxi, un grupo hexilciclohexiloxi, un grupo dimetilciclohexiloxi, un grupo dietilciclohexiloxi o un grupo dibutilciclohexiloxi; grupos arilo opcionalmente sustituidos, tales como, un grupo fenilo, un grupo metilfenilo, un grupo etilfenilo, un grupo propilfenilo, un grupo butilfenilo, un grupo pentilfenilo, un grupo hexilfenilo, un grupo heptilfenilo, un grupo octilfenilo, un grupo nonilfenilo, un grupo decilfenilo, un grupo bifenilo, un grupo dimetilfenilo, un grupo dietilfenilo, un grupo dipropilfenilo, un grupo dibutilfenilo, un grupo dipentilfenilo, un grupo dihexilfenilo, un grupo diheptilfenilo, un grupo terfenilo, un grupo trimetilfenilo, un grupo trietilfenilo, un grupo tripropilfenilo un grupo  
60 tributilfenilo; grupos ariloxi opcionalmente sustituidos, tales como, un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi, un grupo

etilfenoxi, un grupo propilfenoxi, un grupo butilfenoxi, un grupo pentilfenoxi, un grupo hexilfenoxi, un grupo heptilfenoxi, un grupo octilfenoxi, un grupo nonilfenoxi, un grupo decilfenoxi, un grupo fenilfenoxi, un grupo dimetilfenoxi, un grupo dietilfenoxi, un grupo dipropilfenoxi, un grupo dibutilfenoxi, un grupo dipentilfenoxi, un grupo dihexilfenoxi, un grupo diheptilfenoxi, un grupo difenilfenoxi, un grupo trimetilfenoxi, un grupo trietilfenoxi, un grupo tripropilfenoxi o un grupo tributilfenoxi; grupos aralquilo, tales como, un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo, un grupo fenilpropilo, un grupo fenilbutilo, un grupo fenilpentilo, un grupo fenilhexilo, un grupo fenilheptilo, un grupo feniloctilo o un grupo fenilnonilo; y grupos aralquilo, tales como, un grupo fenilmetoxi, un grupo feniletoxi, un grupo fenilpropilo, un grupo fenilbutilo, un grupo fenilpentilo, un grupo fenilhexilo, un grupo fenilheptilo, un grupo feniloctilo o un grupo fenilnonilo.

Entre los ejemplos preferentes de compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (56) anterior se pueden incluir los compuestos enumerados a continuación, mientras que también se enumeran a continuación ejemplos específicos de compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (67) anterior.

Más específicamente, entre los ejemplos de estos compuestos se pueden incluir clorofenol, bromofenol, diclorofenol, dibromofenol, triclorofenol, tribromofenol, fenol, metilfenol, etilfenol, 2-n-propilfenol, 2-n-butilfenol, 2-n-pentilfenol, 2-n-hexilfenol, 2-n-heptilfenol, 2-n-octilfenol, 2-n-nonilfenol, 2-n-decilfenol, 2-n-dodecilfenol, 2-n-octadecilfenol, 3-propilfenol, 3-butilfenol, 3-pentilfenol, 3-hexilfenol, 3-heptilfenol, 3-octilfenol, 3-nonilfenol, 3-decilfenol, 3-dodecilfenol, 3-octadecilfenol, 4-propilfenol, 4-butilfenol, 4-pentilfenol, 4-hexilfenol, 4-heptilfenol, 4-octilfenol, 4-nonilfenol, 4-decilfenol, 4-dodecilfenol, 4-octadecilfenol, 4-fenilfenol, dimetilfenol, dietilfenol, di(n-propil)fenol, di(n-butil)fenol, di(n-pentil)fenol, di(n-hexil)fenol, di(n-heptil)fenol, di(n-octil)fenol, di(n-nonil)fenol, di(n-decil)fenol, di(n-dodecil)fenol, di(n-octadecil)fenol, trimetilfenol, trietilfenol, tri(n-propil)fenol, tri(n-butil)fenol, tri(n-pentil)fenol, tri(n-hexil)fenol, tri(n-heptil)fenol, tri(n-octil)fenol, tri(n-nonil)fenol, tri(n-decil)fenol, tri(n-dodecil)fenol, tri(n-octadecil)fenol, (metoximetil)fenol, (etoximetil)fenol, (propoximetil)fenol, (butiloximetil)fenol, (pentiloximetil)fenol, (hexiloximetil)fenol, (heptiloximetil)fenol, (octiloximetil)fenol, (noniloximetil)fenol, (deciloximetil)fenol, (dodeciloximetil)fenol, (octadeciloximetil)fenol, (ciclopentiloximetil)fenol, (ciclohexiloximetil)fenol, (cicloheptiloximetil)fenol, (ciclooctiloximetil)fenol, (metilciclopentiloximetil)fenol, (etilciclopentiloximetil)fenol, (metilciclohexiloximetil)fenol, (etilciclohexiloximetil)fenol, (propilciclohexiloximetil)fenol, (butilciclohexiloximetil)fenol, (pentilciclohexiloximetil)fenol, (hexilciclohexiloximetil)fenol, (dimetilciclohexiloximetil)fenol, (dietilciclohexiloximetil)fenol, (dibutilciclohexiloximetil)fenol, (fenoximetil)fenol, (metilfenoximetil)fenol, (etilfenoximetil)fenol, (propilfenoximetil)fenol, (butilfenoximetil)fenol, (pentilfenoximetil)fenol, (hexilfenoximetil)fenol, (heptilfenoximetil)fenol, (octilfenoximetil)fenol, (nonilfenoximetil)fenol, (decilfenoximetil)fenol, (fenilfenoximetil)fenol, (dimetilfenoximetil)fenol, (dietilfenoximetil)fenol, (dipropilfenoximetil)fenol, (dibutilfenoximetil)fenol, (dipentilfenoximetil)fenol, (dihexilfenoximetil)fenol, (diheptilfenoximetil)fenol, (difenilfenoximetil)fenol, (tripropilfenoximetil)fenol, (trietilfenoximetil)fenol, (tripropilfenoximetil)fenol, (tributilfenoximetil)fenol, (fenilmetoximetil)fenol, (feniletoximetil)fenol, (fenilpropiloximetil)fenol, (fenilbutiloximetil)fenol, (fenilpentiloximetil)fenol, (fenilhexiloximetil)fenol, (fenilheptiloximetil)fenol, (feniloctiloximetil)fenol, (fenilnoniloximetil)fenol, di(metoximetil)fenol, di(etoximetil)fenol, di(propoximetil)fenol, di(butiloximetil)fenol, di(pentiloximetil)fenol, di(hexiloximetil)fenol, di(heptiloximetil)fenol, di(octiloximetil)fenol, di(noniloximetil)fenol, di(deciloximetil)fenol, di(dodeciloximetil)fenol, di(octadeciloximetil)fenol, di(ciclopentiloximetil)fenol, di(ciclohexiloximetil)fenol, di(cicloheptiloximetil)fenol, di(ciclooctiloximetil)fenol, di(metilciclopentiloximetil)fenol, di(etilciclopentiloximetil)fenol, di(metilciclohexiloximetil)fenol, di(etilciclohexiloximetil)fenol, di(propilciclohexiloximetil)fenol, di(butilciclohexiloximetil)fenol, di(pentilciclohexiloximetil)fenol, di(hexilciclohexiloximetil)fenol, bis(dimetilciclohexiloximetil)fenol, bis(dietilciclohexiloximetil)fenol, bis(dibutilciclohexiloximetil)fenol, di(fenoximetil)fenol, di(metilfenoximetil)fenol, di(etilfenoximetil)fenol, di(propilfenoximetil)fenol, di(butilfenoximetil)fenol, di(pentilfenoximetil)fenol, di(hexilfenoximetil)fenol, di(heptilfenoximetil)fenol, di(octilfenoximetil)fenol, di(nonilfenoximetil)fenol, di(decilfenoximetil)fenol, di(fenilfenoximetil)fenol, bis(dimetilfenoximetil)fenol, bis(dietilfenoximetil)fenol, bis(dipropilfenoximetil)fenol, bis(dibutilfenoximetil)fenol, bis(dipentilfenoximetil)fenol, bis(dihexilfenoximetil)fenol, bis(diheptilfenoximetil)fenol, bis(difenilfenoximetil)fenol, di(trimetilfenoximetil)fenol, di(trietilfenoximetil)fenol, di(tripropilfenoximetil)fenol, di(tributilfenoximetil)fenol, di(fenilmetoximetil)fenol, di(feniletoximetil)fenol, di(fenilpropiloximetil)fenol, di(fenilbutiloximetil)fenol, di(fenilpentiloximetil)fenol, di(fenilhexiloximetil)fenol, di(fenilheptiloximetil)fenol, di(feniloctiloximetil)fenol, di(fenilnoniloximetil)fenol, tri(metoximetil)fenol, tri(etoximetil)fenol, tri(propoximetil)fenol, tri(butiloximetil)fenol, tri(pentiloximetil)fenol, tri(hexiloximetil)fenol, tri(heptiloximetil)fenol, tri(octiloximetil)fenol, tri(noniloximetil)fenol, tri(deciloximetil)fenol, tri(dodeciloximetil)fenol, tri(octadeciloximetil)fenol, tri(ciclopentiloximetil)fenol, tri(ciclohexiloximetil)fenol, tri(cicloheptiloximetil)fenol, tri(ciclooctiloximetil)fenol, tri(metilciclopentiloximetil)fenol, tri(etilciclopentiloximetil)fenol, tri(metilciclohexiloximetil)fenol, tri(etilciclohexiloximetil)fenol, tri(propilciclohexiloximetil)fenol, tri(butilciclohexiloximetil)fenol, tri(pentilciclohexiloximetil)fenol, tri(hexilciclohexiloximetil)fenol, bis(dimetilciclohexiloximetil)fenol, bis(dietilciclohexiloximetil)fenol, bis(dibutilciclohexiloximetil)fenol, tri(fenoximetil)fenol, tri(metilfenoximetil)fenol, tri(etilfenoximetil)fenol, tri(propilfenoximetil)fenol, tri(butilfenoximetil)fenol, tri(pentilfenoximetil)fenol, tri(hexilfenoximetil)fenol, tri(heptilfenoximetil)fenol, tri(octilfenoximetil)fenol, tri(nonilfenoximetil)fenol, tri(decilfenoximetil)fenol, tri(fenilfenoximetil)fenol, bis(dimetilfenoximetil)fenol, bis(dietilfenoximetil)fenol, bis(dipropilfenoximetil)fenol, bis(dibutilfenoximetil)fenol, bis(dipentilfenoximetil)fenol, bis(dihexilfenoximetil)fenol, bis(diheptilfenoximetil)fenol, bis(difenilfenoximetil)fenol, tri(trimetilfenoximetil)fenol, tri(trietilfenoximetil)fenol, tri(trimetilfenoximetil)fenol, tri(tributilfenoximetil)fenol, tri(fenilmetoximetil)fenol, tri(feniletoximetil)fenol, tri(fenilpropiloximetil)fenol, tri(fenilbutiloximetil)fenol, tri(fenilpentiloximetil)fenol, tri(fenilhexiloximetil)fenol,

tri(fenilheptiloximetil)fenol, tri(feniloctiloximetil)fenol, tri(fenilnoniloximetil)fenol, (fenilmetil)fenol, ((metilfenil)metil)fenol,  
 ((etilfenil)metil)fenol, ((propilfenil)metil)fenol, ((butilfenil)metil)fenol, ((pentilfenil)metil)fenol, ((hexilfenil)metil)fenol,  
 ((heptilfenil)metil)fenol, ((octilfenil)metil)fenol, ((nonilfenil)metil)fenol, ((decilfenil)metil)fenol, ((bifenil)metil)fenol,  
 5 ((dimetilfenil)metil)fenol, ((dietilfenil)metil)fenol, ((dipropilfenil)metil)fenol, ((dibutilfenil)metil)fenol,  
 ((dipentilfenil)metil)fenol, ((dihexilfenil)metil)fenol, ((diheptilfenil)metil)fenol, ((terfenil)metil)fenol,  
 ((trimetilfenil)metil)fenol, ((trietilfenil)metil)fenol, ((tripropilfenil)metil)fenol, ((tributilfenil)metil)fenol, di(fenilmetil)fenol,  
 di((metilfenil)metil)fenol, di((etilfenil)metil)fenol, di((propilfenil)metil)fenol, di((butilfenil)metil)fenol, di((pentilfenil)metil)fenol,  
 di((nonilfenil)metil)fenol, di((hexilfenil)metil)fenol, di((heptilfenil)metil)fenol, di((octilfenil)metil)fenol,  
 10 di((dietilfenil)metil)fenol, di((dipropilfenil)metil)fenol, di((dibutilfenil)metil)fenol, di((dipentilfenil)metil)fenol,  
 di((dihexilfenil)metil)fenol, di((diheptilfenil)metil)fenol, di((terfenil)metil)fenol, di((trimetilfenil)metil)fenol,  
 di((trietilfenil)metil)fenol, di((tripropilfenil)metil)fenol, di((tributilfenil)metil)fenol, tri(fenilmetil)fenol,  
 tri((metilfenil)metil)fenol, tri((etilfenil)metil)fenol, tri((propilfenil)metil)fenol, tri((butilfenil)metil)fenol,  
 tri((pentilfenil)metil)fenol, tri((hexilfenil)metil)fenol, tri((heptilfenil)metil)fenol, tri((octilfenil)metil)fenol,  
 15 tri((nonilfenil)metil)fenol, tri((decilfenil)metil)fenol, tri((bifenil)metil)fenol, tri((dimetilfenil)metil)fenol,  
 tri((dietilfenil)metil)fenol, tri((dipropilfenil)metil)fenol, tri((dibutilfenil)metil)fenol, tri((dipentilfenil)metil)fenol,  
 tri((dihexilfenil)metil)fenol, tri((diheptilfenil)metil)fenol, tri((terfenil)metil)fenol, tri((trimetilfenil)metil)fenol,  
 tri((trietilfenil)metil)fenol, tri((tripropilfenil)metil)fenol, tri((tributilfenil)metil)fenol, feniletilfenol, fenil-n-propilfenol,  
 fenil-n-butilfenol, fenil-n-pentilfenol, fenil-n-hexilfenol, fenil-n-heptilfenol, fenil-n-octilfenol, fenil-n-nonilfenol,  
 20 (metilamino)fenol, (etilamino)fenol, (propilamino)fenol, (butilamino)fenol, (pentilamino)fenol, (hexilamino)fenol,  
 (heptilamino)fenol, (octilamino)fenol, (nonilamino)fenol, (decilamino)fenol, (dodecilamino)fenol, (octadecilamino)fenol,  
 di(metilamino)fenol, di(etilamino)fenol, di(propilamino)fenol, di(butilamino)fenol, di(pentilamino)fenol,  
 di(hexilamino)fenol, di(heptilamino)fenol, di(octilamino)fenol, di(nonilamino)fenol, di(decilamino)fenol,  
 di(dodecilamino)fenol, di(octadecilamino)fenol, tri(metilamino)fenol, tri(etilamino)fenol, tri(propilamino)fenol,  
 25 tri(butilamino)fenol, tri(pentilamino)fenol, tri(hexilamino)fenol, tri(heptilamino)fenol, tri(octilamino)fenol,  
 tri(nonilamino)fenol, tri(decilamino)fenol, tri(dodecilamino)fenol, tri(octadecilamino)fenol, metoxifenol, etoxifenol,  
 propiloxifenol, butiloxifenol, pentiloxifenol, hexiloxifenol, heptiloxifenol, octiloxifenol, noniloxifenol, deciloxifenol,  
 dodeciloxifenol, octadeciloxifenol, ciclohexiloxifenol, cicloheptiloxifenol, ciclooctiloxifenol,  
 30 (metilciclohexiloxi)fenol, (etilciclohexiloxi)fenol, (metilciclohexiloxi)fenol, (etilciclohexiloxi)fenol,  
 (propilciclohexiloxi)fenol, (butilciclohexiloxi)fenol, (pentilciclohexiloxi)fenol, (hexilciclohexiloxi)fenol,  
 (dimetilciclohexiloxi)fenol, (dietilciclohexiloxi)fenol, (dibutilciclohexiloxi)fenol, fenoxifenol, (metilfeniloxi)fenol,  
 (etilfeniloxi)fenol, (propilfeniloxi)fenol, (butilfeniloxi)fenol, (pentilfeniloxi)fenol, (hexilfeniloxi)fenol, (heptilfeniloxi)fenol,  
 (octilfeniloxi)fenol, (nonilfeniloxi)fenol, (decilfeniloxi)fenol, (bifeniloxifenol), (dimetilfeniloxi)fenol, (dietilfeniloxi)fenol,  
 35 (dipropilfeniloxi)fenol, (dibutilfeniloxi)fenol, (dipentilfeniloxi)fenol, (dihexilfeniloxi)fenol, (diheptilfeniloxi)fenol,  
 (terfeniloxifenol), (trimetilfeniloxi)fenol, (trietilfeniloxi)fenol, (tripropilfeniloxi)fenol, (tributilfeniloxi)fenol,  
 (fenilmetiloxi)fenol, (feniletiloxi)fenol, (fenilpropiloxi)fenol, (fenilbutiloxi)fenol, (fenilpentiloxi)fenol, (fenilhexiloxi)fenol,  
 (fenilheptiloxi)fenol, (feniloctiloxi)fenol, (fenilnoniloxi)fenol, dimetoxifenol, dietoxifenol, dipropiloxifenol, dibutiloxifenol,  
 dipentiloxifenol, dihexiloxifenol, diheptiloxifenol, dioctiloxifenol, dinoniloxifenol, didodeciloxifenol, didodeciloxifenol,  
 40 dioctadeciloxifenol, diciclohexiloxifenol, diciclohexiloxifenol, dicicloheptiloxifenol, diciclooctiloxifenol,  
 di(metilciclohexiloxi)fenol, di(etilciclohexiloxi)fenol, di(metilciclohexiloxi)fenol, di(etilciclohexiloxi)fenol,  
 di(propilciclohexiloxi)fenol, di(butilciclohexiloxi)fenol, di(pentilciclohexiloxi)fenol, di(hexilciclohexiloxi)fenol,  
 bis(dimetilciclohexiloxi)fenol, bis(dietilciclohexiloxi)fenol, bis(dibutilciclohexiloxi)fenol, difeniloxifenol,  
 di(metilfeniloxi)fenol, di(etilfeniloxi)fenol, di(propilfeniloxi)fenol, di(butilfeniloxi)fenol, di(pentilfeniloxi)fenol,  
 45 di(hexilfeniloxi)fenol, di(heptilfeniloxi)fenol, di(octilfeniloxi)fenol, di(nonilfeniloxi)fenol, di(decilfeniloxi)fenol,  
 dibifeniloxifenol, bis(dimetilfeniloxi)fenol, bis(dietilfeniloxi)fenol, bis(dipropilfeniloxi)fenol, bis(dibutilfeniloxi)fenol,  
 bis(dipentilfeniloxi)fenol, bis(dihexilfeniloxi)fenol, bis(diheptilfeniloxi)fenol, diterfeniloxifenol, di(trimetilfeniloxi)fenol,  
 di(trietilfeniloxi)fenol, di(tripropilfeniloxi)fenol, di(tributilfeniloxi)fenol, di(fenilmetiloxi)fenol, di(feniletiloxi)fenol,  
 di(fenilpropiloxi)fenol, di(fenilbutiloxi)fenol, di(fenilpentiloxi)fenol, di(fenilhexiloxi)fenol, di(fenilheptiloxi)fenol,  
 50 di(feniloctiloxi)fenol, di(fenilnoniloxi)fenol, trimetoxifenol, trietoxifenol, tripropiloxifenol, tributiloxifenol, tripentiloxifenol,  
 trihexiloxifenol, triheptiloxifenol, trioctiloxifenol, trinoniloxifenol, trideciloxifenol, tridodeciloxifenol, trioctadeciloxifenol,  
 triciclohexiloxifenol, triciclohexiloxifenol, tricicloheptiloxifenol, triciclooctiloxifenol, tri(metilciclohexiloxi)fenol,  
 tri(etilciclohexiloxi)fenol, tri(metilciclohexiloxi)fenol, tri(etilciclohexiloxi)fenol, tri(propilciclohexiloxi)fenol,  
 tri(butilciclohexiloxi)fenol, tri(pentilciclohexiloxi)fenol, tri(hexilciclohexiloxi)fenol, tri(dimetilciclohexiloxi)fenol,  
 55 tri(dietilciclohexiloxi)fenol, tri(dibutilciclohexiloxi)fenol, feniloxifenol, tri(metilfeniloxi)fenol, tri(etilfeniloxi)fenol,  
 tri(propilfeniloxi)fenol, tri(butilfeniloxi)fenol, tri(pentilfeniloxi)fenol, tri(hexilfeniloxi)fenol, tri(heptilfeniloxi)fenol,  
 tri(octilfeniloxi)fenol, tri(nonilfeniloxi)fenol, tri(decilfeniloxi)fenol, tribifeniloxifenol, tri(dimetilfeniloxi)fenol,  
 tri(dietilfeniloxi)fenol, tri(dipropilfeniloxi)fenol, tri(dibutilfeniloxi)fenol, tri(dipentilfeniloxi)fenol, tri(dihexilfeniloxi)fenol,  
 tri(diheptilfeniloxi)fenol, tri(terfeniloxifenol), tri(trimetilfeniloxi)fenol, tri(trietilfeniloxi)fenol, tri(tripropilfeniloxi)fenol,  
 60 tri(tributilfeniloxi)fenol, (fenilmetiloxi)fenol, tri(feniletiloxi)fenol, tri(fenilpropiloxi)fenol, tri(fenilbutiloxi)fenol,  
 tri(fenilpentiloxi)fenol, tri(fenilhexiloxi)fenol, tri(fenilheptiloxi)fenol, tri(feniloctiloxi)fenol, tri(fenilnoniloxi)fenol y naftol.

Los ejemplos más preferentes de los compuestos hidroxilados aromáticos mencionados anteriormente pueden incluir aquellos en los que el número de átomos de carbono que componen los R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>23</sup>, R<sup>24</sup> y R<sup>25</sup> es de 0 a 13 debido a la facilidad de transferencia de los mismos. Más preferentemente, el compuesto hidroxilado aromático es un compuesto hidroxilado aromático en el que R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>23</sup>, R<sup>24</sup> y R<sup>25</sup> son grupos que tienen 0 a 9 átomos de carbono seleccionados entre un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo

opcionalmente sustituido, un grupo alcoxi lineal o ramificado, un grupo arilo opcionalmente sustituido y un grupo aralquilo opcionalmente sustituido.

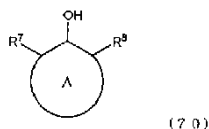
Además, el compuesto hidroxilado aromático forma un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se utiliza en forma de un derivado de isocianato. Aunque los detalles de un procedimiento para producir un isocianato derivado de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido a partir del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se describirán más adelante en el presente documento, este procedimiento implica la obtención de un compuesto hidroxilado aromático derivado del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y un isocianato mediante descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido. Considerando el esquema de reacción, el compuesto hidroxilado aromático formado en ese momento es un compuesto hidroxilado aromático contenido en la composición hidroxilada aromática utilizada cuando se produce el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Es decir, un compuesto aromático hidroxilado de fórmula (56) y, preferentemente, de fórmula (67), se produce como subproducto junto con isocianato durante la descomposición térmica del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. En una de las presentes realizaciones, aunque dependiendo del caso particular, el compuesto hidroxilado aromático y el isocianato se separan mediante destilación después de la etapa de descomposición térmica, y el compuesto hidroxilado aromático separado pueden reciclarse en forma de una composición hidroxilada aromática en la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y el compuesto hidroxilado aromático. Por lo tanto, considerando el proceso a través de la etapa de producción de isocianato, es necesario tener en cuenta la capacidad de separación del compuesto hidroxilado aromático que sirve como materia prima del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y el isocianato formado a partir del éster del ácido carbámico N-sustituido. Aunque es difícil definir en general la capacidad de separación, se define sobre la base del hallazgo de que, en general, dos componentes que se van a separar se pueden separar adecuadamente mediante destilación desde el punto de vista industrial si los puntos de ebullición normales de los mismos están separados por 10°C o más. Por lo tanto, esta definición se refiere a un valor que está limitado por los medios de separación conocidos en la actualidad y no está destinado a servir como base de la presente realización.

Como se ha descrito anteriormente, preferentemente, se utiliza un compuesto hidroxilado aromático que tiene una estructura específica desde el punto de vista de la reactividad durante la producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

Por el contrario, los inventores de la presente invención descubrieron que, en el caso de que un grupo unido al átomo en la posición  $\alpha$  de un sustituyente de, como mínimo, una posición orto del compuesto hidroxilado aromático sea un sustituyente voluminoso, la formación de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido disminuye considerablemente. Más específicamente, esto se refiere a un compuesto hidroxilado aromático en el que un sustituyente en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono terciario o cuaternario o un átomo de nitrógeno terciario está unido a, como mínimo, una posición orto respecto a un grupo hidroxilo del compuesto hidroxilado aromático. La demostración de dicho efecto por este compuesto hidroxilado aromático tampoco se encuentra en la materia anterior. De aquí adelante, un compuesto hidroxilado aromático para el cual la velocidad de formación de éster de -O-Ar- del ácido carbámico N-sustituido es baja con frecuencia se refiere a un compuesto hidroxilado aromático de actividad baja.

Además, como resultado de centrarse en el hecho de que la velocidad de formación de éster del ácido carbámico N-sustituido difiere dependiendo del tipo de compuesto hidroxilado aromático como se ha descrito anteriormente, los inventores de la presente invención concibieron y completaron un procedimiento de producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición hidroxilada aromática compuesta por una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos. Esta producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición hidroxilada aromática compuesta por una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos se describirá más adelante.

La composición hidroxilada aromática compuesta por una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos se compone de modo que contiene un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (56) y/o la fórmula (67) mencionadas anteriormente (compuesto hidroxilado aromático activo) junto con un compuesto hidroxilado aromático de actividad baja representado por la fórmula (70) siguiente:



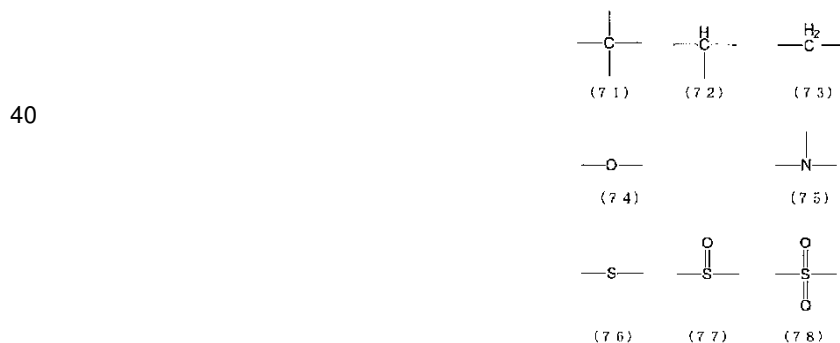
(en la que

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido,  $R^7$  y  $R^8$  representan, respectiva e independientemente, cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50, y

R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup> pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A:

- (i) un átomo de hidrógeno,
  - (ii) un átomo de halógeno,
  - 5 (iii) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno terciario (es decir, un átomo de nitrógeno que no tiene un átomo de hidrógeno),
  - (iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición α un átomo de carbono terciario o cuaternario (a saber, un átomo de carbono que forma un enlace -CH- o un átomo de carbono no unido a hidrógeno); cuando R<sup>7</sup> y/o R<sup>8</sup> forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono primario o secundario (es decir, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace -CH<sub>2</sub>-); cuando el carbono en la posición α forma un doble enlace con un átomo en posición β, el carbono en posición α es carbono cuaternario; y los grupos en los que el carbono en posición α forma un enlace triple con un átomo en posición β están excluidos, y
  - 10 (v) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo).
- 20 Adicionalmente, aunque la expresión "átomo en la posición α" se utiliza en la explicación anterior de la fórmula (70) anterior, un "átomo en la posición α" se refiere a un átomo que compone el R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup> que es adyacente a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están unidos los grupos R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup>.

25 Entre los ejemplos de sustituyentes que sustituyen un grupo aromático del compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (70) anterior (excluyendo R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup>) se pueden incluir grupos seleccionados entre un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alifático y un grupo aromático que están compuestos por un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo cíclico (tales como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo de anillo heterorreticulado o un grupo de anillo heterocíclico), un grupo unido de uno o más tipos entre grupos seleccionados entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos mencionados anteriormente, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están unidos a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (átomo de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). Además, un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) como se ha descrito anteriormente está en un estado en el que los grupos mencionados anteriormente están unidos por un enlace covalente con, por ejemplo, grupos representados por las siguientes fórmulas (71) a (78).



45 Entre estos sustituyentes, entre los ejemplos de sustituyentes que pueden utilizarse preferentemente en la presente realización en consideración de la menor susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias se pueden incluir grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo o un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral) y los grupos unidos a, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado de este grupo (grupos mutuamente sustituidos).

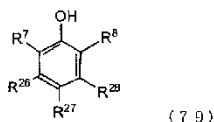
55 En el caso de la transferencia de una composición que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido a una temperatura alta o en el caso de la reacción de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y un compuesto hidroxilado aromático y la obtención de un éster -O-arílico del ácido carbámico N-sustituido a una temperatura alta, el sustituyente que sustituye al anillo A del compuesto hidroxilado aromático (excluyendo R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup>) es, preferentemente, un sustituyente inactivo en forma de un compuesto hidroxilado aromático. En el presente documento, un sustituyente inactivo se refiere a un grupo en el que el sustituyente inactivo no contiene un hidrógeno

activo tal como, se ha descrito anteriormente (aunque puede tener un grupo hidroxilo aromático).

5 Ejemplos de dichos sustituyentes que sustituyen al anillo A (excluyendo  $R^7$  y  $R^8$ ) pueden incluir un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (éter de alquilo y/o éter de arilo y/o éter de aralquilo sustituidos y/o no sustituidos); un grupo al que está unido un grupo seleccionado entre uno o más tipos entre grupos mencionados anteriormente; un grupo seleccionado entre grupos en los que un grupo seleccionado entre uno o más tipos entre grupos mencionados anteriormente se selecciona entre los grupos compuestos por un grupo unido con un enlace de hidrocarburo saturado y/o un enlace éter; y, un grupo que es un átomo de halógeno y en la que el total del número de átomos de carbono que componen el anillo A y el número de átomos de carbono que componen todos los sustituyentes que  
10 sustituyen al anillo sustituto A es un número entero de 6-50.

15 En la fórmula (70) anterior, entre los ejemplos de anillo A se pueden incluir un anillo de benceno, un anillo de naftaleno, un anillo de antraceno, un anillo de fenantreno, un anillo de naftaceno, un anillo de criseno, un anillo de pireno, un anillo de trifenileno, un anillo de pentaleno, un anillo de azuleno, un anillo de heptaleno, un anillo de indaceno, un anillo de bifenileno, un anillo de acenaftileno, un anillo de aceantrileno y un anillo de acefenantrileno. Más preferentemente, el anillo A tiene una estructura que contiene, como mínimo, una estructura seleccionada entre un anillo de benceno y un anillo de naftaleno.

20 Por otra parte, considerando la utilización industrial, es preferente un compuesto hidroxilado aromático que se puede adquirir fácilmente y tiene un esqueleto de benceno del mismo. Entre los ejemplos preferentes de un compuesto hidroxilado aromático de este tipo se pueden incluir compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (79) siguiente:



(en la que

30  $R^7$  y  $R^8$  son los grupos definidos anteriormente,  $R^{26}$ ,  $R^{27}$  y  $R^{28}$ , respectiva e independientemente, representan un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (éter de alquilo y/o éter de arilo y/o éter de aralquilo sustituidos y/o no sustituidos); un grupo al que está unido un grupo seleccionado de uno o más tipos entre grupos anteriores; un grupo seleccionado entre grupos en los que uno o más tipos entre grupos anteriores se compone de un grupo unido con un enlace alifático saturado y/o un enlace éter; un átomo de halógeno; o un átomo de hidrógeno, y el número total de átomos de carbono que componen los  $R^7$ ,  $R^8$ ,  $R^{26}$ ,  $R^{27}$  y  $R^{28}$  es un número entero de 0 a 44).

40 En la fórmula (79) anterior,  $R^7$  y  $R^8$  son, preferentemente, grupos seleccionados independientemente entre los grupos que se indican en (i) a (vi) a continuación:

- 45 (i) un átomo de hidrógeno,  
(ii) un átomo de halógeno,  
(iii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de nitrógeno, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, el átomo de nitrógeno es un átomo de nitrógeno terciario (es decir, un átomo de nitrógeno que no tiene un átomo de hidrógeno) y un grupo unido al átomo de nitrógeno en la posición  $\alpha$  se selecciona, respectiva e independientemente, entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo de éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 44 átomos de carbono y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono y un grupo al que está unido uno o más tipos entre grupos anteriores,  
50 (iv) un grupo arilo opcionalmente sustituido que tiene de 6 a 44 átomos de carbono que no contiene hidrógeno activo,  
(v) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  un átomo de carbono terciario o cuaternario (a saber, un átomo de carbono que forma un enlace -CH- o un átomo de carbono no unido a hidrógeno); cuando  $R^7$  y/o  $R^8$  forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono primario o secundario (es decir, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace -CH<sub>2</sub>-); cuando el carbono en la posición  $\alpha$  forma un doble enlace con un átomo en posición  $\beta$ , el carbono en posición  $\alpha$  es carbono cuaternario; y los grupos  $\alpha$  en los que el carbono en posición  $\alpha$  forma un enlace triple con un átomo en posición  $\beta$  están excluidos,  
55  
60

y un grupo distinto entre un átomo de hidrógeno que está unido al átomo de carbono en posición  $\alpha$  es, respectiva e independientemente, un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 43 átomos y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene 6 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, y un grupo al que está unido uno o más tipos entre grupos anteriores, y

(iv) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno, el número de carbonos es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo y el grupo unido al átomo de oxígeno en la posición  $\alpha$  es un grupo seleccionado, respectiva e independientemente, entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, entre un grupo éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 44 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono y un grupo al que están unidos uno o más tipos entre grupos anteriores.

Además,  $R^{26}$ ,  $R^{27}$  y  $R^{28}$  son, preferentemente, grupos seleccionados independientemente entre los grupos indicados en de (vii) a (xi) a continuación:

(vii) un átomo de hidrógeno,

(viii) un átomo de halógeno,

(ix) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y tres grupos unidos al átomo de carbono en la posición  $\alpha$  se seleccionan, respectiva e independientemente, entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 43 átomos de carbono y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo al que están unidos uno o más tipos entre grupos anteriores y un átomo de hidrógeno,

(x) un grupo arilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, en el que el grupo arilo está sustituido por un sustituyente, el grupo arilo puede estar sustituido con de 1 a 5 de los sustituyentes indicados a continuación, y el sustituyente es un grupo seleccionado entre un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo que tiene de 1 a 38 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 4 a 38 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 38 átomos de carbono, un grupo éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 38 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 38 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 38 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 38 átomos de carbono y un grupo al que está unido uno o más tipos entre grupos anteriores, y

(xi) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y el grupo unido al átomo de oxígeno en la posición  $\alpha$  es un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo éter de polioxialquilenalquilo que tiene de 2 a 44 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 44 átomos de carbono y un grupo al que están unidos uno o más tipos entre grupos anteriores.

Además, aunque la expresión "átomo en la posición  $\alpha$ " se utiliza en la explicación precedente de la fórmula (79) anterior, un "átomo en la posición  $\alpha$ " se refiere a un átomo que compone los  $R^7$ ,  $R^8$ ,  $R^{26}$ ,  $R^{27}$  y  $R^{28}$  que son adyacentes a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están unidos los grupos  $R^7$ ,  $R^8$ ,  $R^{26}$ ,  $R^{27}$  y  $R^{28}$ .

Entre los ejemplos de estos grupos  $R^{26}$ ,  $R^{27}$  y  $R^{28}$  se pueden incluir grupos alquilo y/o grupos cicloalquilo y/o grupos cicloalquilo sustituidos con un grupo alquilo y/o grupos alquilo sustituido con un grupo cicloalquilo, tales como, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un grupo octilo, un grupo nonilo, un grupo decilo, un grupo dodecilo, un grupo octadecilo, un grupo ciclopentilo, un grupo ciclohexilo, un grupo cicloheptilo, un grupo ciclooctilo, un grupo metilciclopentilo, un grupo etilciclopentilo, un grupo metilciclohexilo, un grupo etilciclohexilo, un grupo propilciclohexilo, un grupo butilciclohexilo, un grupo pentilciclohexilo, un grupo hexilciclohexilo, un grupo dimetilciclohexilo, un grupo dietilciclohexilo o un grupo dibutilciclohexilo; grupos alcoxi y/o grupos cicloalcoxi y/o grupos cicloalcoxi sustituidos con un grupo alcoxi y/o grupos alcoxi sustituidos con un grupo cicloalcoxi, tal como, un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propoxi, un grupo butiloxi, un grupo pentiloxi, un grupo hexiloxi, un grupo heptiloxi, un grupo octiloxi, un grupo noniloxi, un grupo deciloxi, un grupo dodeciloxi, un grupo octadeciloxi, un grupo ciclopentiloxi, un grupo ciclohexiloxi, un grupo cicloheptiloxi, un grupo ciclooctiloxi, un grupo metilciclopentiloxi, un grupo etilciclopentiloxi, un grupo metilciclohexiloxi, un grupo etilciclohexiloxi, un grupo propilciclohexiloxi, un grupo butilciclohexiloxi, un grupo pentilciclohexiloxi, un grupo hexilciclohexiloxi, un grupo dimetilciclohexiloxi, un grupo dietilciclohexiloxi o un grupo dibutilciclohexiloxi; grupos arilo opcionalmente sustituidos, tales como, un grupo fenilo, un grupo metilfenilo, un grupo etilfenilo, un grupo propilfenilo, un grupo butilfenilo, un grupo pentilfenilo, un grupo hexilfenilo, un grupo heptilfenilo, un grupo octilfenilo, un grupo nonilfenilo, un grupo decilfenilo, un grupo bifenilo, un grupo dimetilfenilo, un grupo



5 dietilfenilo, un grupo dipropilfenilo, un grupo dibutilfenilo, un grupo dipentilfenilo, un grupo dihexilfenilo, un grupo diheptilfenilo, un grupo terfenilo, un grupo trimetilfenilo, un grupo trietilfenilo, un grupo tripropilfenilo un grupo tributilfenilo; grupos ariloxi opcionalmente sustituidos, tales como, un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi, un grupo etilfenoxi, un grupo propilfenoxi, un grupo butilfenoxi, un grupo pentilfenoxi, un grupo hexilfenoxi, un grupo heptilfenoxi, un grupo octilfenoxi, un grupo nonilfenoxi, un grupo decilfenoxi, un grupo fenilfenoxi, un grupo dimetilfenoxi, un grupo dietilfenoxi, un grupo dipropilfenoxi, un grupo dibutilfenoxi, un grupo dipentilfenoxi, un grupo dihexilfenoxi, un grupo diheptilfenoxi, un grupo difenilfenoxi, un grupo trimetilfenoxi, un grupo trietilfenoxi, un grupo tripropilfenoxi o un grupo tributilfenoxi; grupos aralquilo, tales como, un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo, un grupo fenilpropilo, un grupo fenilbutilo, un grupo fenilpentilo, un grupo fenilhexilo, un grupo fenilheptilo, un grupo feniloctilo o un grupo fenilnonilo; y grupos aralquiloxi, tales como, un grupo fenilmetoxi, un grupo feniletoxi, un grupo fenilpropiloxi, un grupo fenilbutiloxi, un grupo fenilpentiloxi, un grupo fenilhexiloxi, un grupo fenilheptiloxi, un grupo feniloctiloxi o un grupo fenilnoniloxi.

15 Entre los ejemplos preferentes de compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (70) anterior se pueden incluir los compuestos enumerados a continuación, mientras que también se enumeran a continuación ejemplos específicos de compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (79) anterior.

Más específicamente, entre los ejemplos de estos compuestos se pueden incluir 2-isopropilfenol, 2-terc-butilfenol, 2-terc-pentilfenol, 2-terc-hexilfenol, 2-terc-heptilfenol, 2-terc-octilfenol, 2-terc-nonilfenol, 2-terc-decilfenol, 2-terc-dodecilfenol, 2-terc-octadecilfenol, 2-sec-propilfenol, 2-sec-butilfenol, 2-sec-pentilfenol, 2-sec-hexilfenol, 2-sec-heptilfenol, 2-sec-octilfenol, 2-sec-nonilfenol, 2-sec-decilfenol, 2-sec-dodecilfenol, 2-sec-octadecilfenol, 2-fenilfenol, 2,4-di-terc-propilfenol, 2,4-di-terc-butilfenol, 2,4-di-terc-pentilfenol, 2,4-di-terc-hexilfenol, 2,4-di-terc-heptilfenol, 2,4-di-terc-octilfenol, 2,4-di-terc-nonilfenol, 2,4-di-terc-decilfenol, 2,4-di-terc-dodecilfenol, 2,4-di-terc-octadecilfenol, 2,4-di-sec-propilfenol, 2,4-di-sec-butilfenol, 2,4-di-sec-pentilfenol, 2,4-di-sec-hexilfenol, 2,4-di-sec-heptilfenol, 2,4-di-sec-octilfenol, 2,4-di-sec-nonilfenol, 2,4-di-sec-decilfenol, 2,4-di-sec-dodecilfenol, 2,4-di-sec-octadecilfenol, 2,6-di-terc-propilfenol, 2,6-di-terc-butilfenol, 2,6-di-terc-pentilfenol, 2,6-di-terc-hexilfenol, 2,6-di-terc-heptilfenol, 2,6-di-terc-octilfenol, 2,6-di-terc-nonilfenol, 2,6-di-terc-decilfenol, 2,6-di-terc-dodecilfenol, 2,6-di-terc-octadecilfenol, 2,6-di-sec-propilfenol, 2,6-di-sec-butilfenol, 2,6-di-sec-pentilfenol, 2,6-di-sec-hexilfenol, 2,6-di-sec-heptilfenol, 2,6-di-sec-octilfenol, 2,6-di-sec-nonilfenol, 2,6-di-sec-decilfenol, 2,6-di-sec-dodecilfenol, 2,6-di-sec-octadecilfenol, 2,4-difenilfenol, 2,6-difenilfenol, 2,4,6-tri-terc-propilfenol, 2,4,6-tri-terc-butilfenol, 2,4,6-tri-terc-pentilfenol, 2,4,6-tri-terc-hexilfenol, 2,4,6-tri-terc-heptilfenol, 2,4,6-tri-terc-octilfenol, 2,4,6-tri-terc-nonilfenol, 2,4,6-tri-terc-decilfenol, 2,4,6-tri-terc-dodecilfenol, 2,4,6-tri-terc-octadecilfenol, 2,4,6-tri-sec-propilfenol, 2,4,6-tri-sec-butilfenol, 2,4,6-tri-sec-pentilfenol, 2,4,6-tri-sec-hexilfenol, 2,4,6-tri-sec-heptilfenol, 2,4,6-tri-sec-octilfenol, 2,4,6-tri-sec-nonilfenol, 2,4,6-tri-sec-decilfenol, 2,4,6-tri-sec-dodecilfenol, 2,4,6-tri-sec-octadecilfenol, (2-metoxi-2-metiletil)fenol, (2-etoxi-2-metiletil)fenol, (2-propoxi-2-metiletil)fenol, (2-butiloxi-2-metiletil)fenol, (2-pentiloxi-2-metiletil)fenol, (2-hexiloxi-2-metiletil)fenol, (2-heptiloxi-2-metiletil)fenol, (2-octiloxi-2-metiletil)fenol, (2-noniloxi-2-metiletil)fenol, (2-deciloxi-2-metiletil)fenol, (2-dodeciloxi-2-metiletil)fenol, (2-octadeciloxi-2-metiletil)fenol, (2-ciclopentiloxi-2-metiletil)fenol, (2-ciclohexiloxi-2-metiletil)fenol, (2-cicloheptiloxi-2-metiletil)fenol, (2-ciclooctiloxi-2-metiletil)fenol, (2-(metilciclopentiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(etilciclopentiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(metilciclohexiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(etilciclohexiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(propilciclohexiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(butilciclohexiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(pentilciclohexiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(hexilciclohexiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(dimetilciclohexiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(dietilciclohexiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(dibutilciclohexiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-fenoxi-2-metiletil)fenol, (2-(metilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(etilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(propilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(butilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(pentilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(hexilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(heptilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(octilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(nonilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(decilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(fenilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(dimetilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(dietilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(dipropilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(dibutilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(dipentilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(dihexilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(diheptilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(difenilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(trimetilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(triethylfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(tri-propilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(tributilfenoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(fenilmetoxi)-2-metiletil)fenol, (2-(fenilpropiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(fenilbutiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(fenilpentiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(fenilhexiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(fenilheptiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(feniloctiloxi)-2-metiletil)fenol, (2-(fenilnoniloxi)-2-metiletil)fenol, (2-metoxi-2-metilpropil)fenol, (2-etoxi-2-metilpropil)fenol, (2-propoxi-2-metilpropil)fenol, (2-butiloxi-2-metilpropil)fenol, (2-pentiloxi-2-metilpropil)fenol, (2-hexiloxi-2-metilpropil)fenol, (2-heptiloxi-2-metilpropil)fenol, (2-octiloxi-2-metilpropil)fenol, (2-noniloxi-2-metilpropil)fenol, (2-deciloxi-2-metilpropil)fenol, (2-dodeciloxi-2-metilpropil)fenol, (2-octadeciloxi-2-metilpropil)fenol, (2-ciclopentiloxi-2-metilpropil)fenol, (2-ciclohexiloxi-2-metilpropil)fenol, (2-cicloheptiloxi-2-metilpropil)fenol, (2-ciclooctiloxi-2-metilpropil)fenol, (2-(metilciclopentiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(etilciclopentiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(metilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(etilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(propilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(butilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(pentilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(hexilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(dimetilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(dietilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(dibutilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, (2-fenoxi-2-metilpropil)fenol, (2-(metilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(etilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(propilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, (2-(butilfenoxi)-2-metilpropil)fenol,

	(2-(pentilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(hexilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(heptilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
	(2-(octilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(nonilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(decilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
	(2-(fenilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(dimetilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(dietilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
5	(2-(dipropilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(dibutilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(dipentilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
	(2-(diheksilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(diheptilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(difenilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
	(2-(trimetilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(trietilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(tripropilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
	(2-(tributilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(fenilmetoksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(feniletoksi)-2-metilpropil)fenol,
	(2-(fenilpropiloksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(fenilbutiloksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(fenilpentiloksi)-2-metilpropil)fenol,
10	(2-(fenilheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(fenilheptiloksi)-2-metilpropil)fenol,	(2-(feniloktiloksi)-2-metilpropil)fenol,
	(2-(fenilnoniloksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-metoksi-2-metiletil)fenol,	di(2-etoksi-2-metiletil)fenol,
	di(2-propoksi-2-metiletil)fenol,	di(2-butiloksi-2-metiletil)fenol,	di(2-pentiloksi-2-metiletil)fenol,
	di(2-heptiloksi-2-metiletil)fenol,	di(2-oktiloksi-2-metiletil)fenol,	di(2-noniloksi-2-metiletil)fenol,
	di(2-dodeciloksi-2-metiletil)fenol,	di(2-oktadeciloksi-2-metiletil)fenol,	di(2-deciloksi-2-metiletil)fenol,
15	di(2-cicloheksiloksi-2-metiletil)fenol,	di(2-cicloheptiloksi-2-metiletil)fenol,	di(2-ciclooktiloksi-2-metiletil)fenol,
	di(2-(metilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,		di(2-(etilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(metilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,		di(2-(etilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(propilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,		di(2-(butilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(pentilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,		di(2-(heksilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,
20	di(2-(dimetilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,		di(2-(dietilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(dibutilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-fenoksi-2-metiletil)fenol,	di(2-(metilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(etilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(propilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(butilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(pentilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(heksilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(heptilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
25	di(2-(octilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(nonilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(decilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(fenilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(dimetilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(dietilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(dipropilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(dibutilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(dipentilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(diheksilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(diheptilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(difenilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(trimetilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(trietilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(tripropilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(tributilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(fenilmetoksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(feniletoksi)-2-metiletil)fenol,
30	di(2-(fenilpropiloksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(fenilbutiloksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(fenilpentiloksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(fenilheksiloksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(fenilheptiloksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-(feniloktiloksi)-2-metiletil)fenol,
	di(2-(fenilnoniloksi)-2-metiletil)fenol,	di(2-metoksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-etoksi-2-metilpropil)fenol,
	di(2-propoksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-butiloksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-pentiloksi-2-metilpropil)fenol,
	di(2-hexiloksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-heptiloksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-oktiloksi-2-metilpropil)fenol,
35	di(2-noniloksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-deciloksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-dodeciloksi-2-metilpropil)fenol,
	di(2-oktadeciloksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-cicloheksiloksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-cicloheksiloksi-2-metilpropil)fenol,
	di(2-cicloheptiloksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-ciclooktiloksi-2-metilpropil)fenol,	di(2-(metilcicloheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(etilcicloheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,		di(2-(propilcicloheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,
40	di(2-(butilcicloheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,		di(2-(pentilcicloheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(heksilcicloheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(dimetilcicloheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(dietilcicloheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(dietilcicloheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(dibutilcicloheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-fenoksi-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(metilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(etilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(propilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(butilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(pentilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(heksilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
45	di(2-(heptilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(octilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(nonilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(decilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(fenilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(dimetilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(dietilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(dipropilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(dibutilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(dipentilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(diheksilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(diheptilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(difenilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(trimetilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(trietilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,
50	di(2-(tripropilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(tributilfenoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(fenilmetoksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(feniletoksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(fenilpropiloksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(fenilbutiloksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(fenilpentiloksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(fenilheksiloksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(fenilheptiloksi)-2-metilpropil)fenol,
	di(2-(feniloktiloksi)-2-metilpropil)fenol,	di(2-(fenilnoniloksi)-2-metilpropil)fenol,	tri(2-metoksi-2-metiletil)fenol,
	tri(2-etoksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-propoksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-butiloksi-2-metiletil)fenol,
	tri(2-pentiloksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-hexiloksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-oktiloksi-2-metiletil)fenol,
55	tri(2-heptiloksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-deciloksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-dodeciloksi-2-metiletil)fenol,
	tri(2-noniloksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-cicloheksiloksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-cicloheksiloksi-2-metiletil)fenol,
	tri(2-oktadeciloksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-cicloheptiloksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-cicloheksiloksi-2-metiletil)fenol,
	tri(2-cicloheptiloksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-ciclooktiloksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-(metilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,
	tri(2-(etilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-(metilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-(etilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,
60	tri(2-(propilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,		tri(2-(butilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,
	tri(2-(pentilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,		tri(2-(heksilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,
	tri(2-(trimetilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,		tri(2-(dietilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,
	tri(2-(tributilcicloheksiloksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-fenoksi-2-metiletil)fenol,	tri(2-(metilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
	tri(2-(etilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-(propilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-(butilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
	tri(2-(pentilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-(heksilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-(heptilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
65	tri(2-(octilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-(nonilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-(decilfenoksi)-2-metiletil)fenol,
	tri(2-(fenilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-(trimetilfenoksi)-2-metiletil)fenol,	tri(2-(trietilfenoksi)-2-metiletil)fenol,

5	tri(2-(tripropilfenoxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(trihexilfenoxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(trimetilfenoxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(tributilfenoxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(fenilpropiloxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(fenilhexiloxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(fenilnoniloxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-propoxi-2-metilpropil)fenol, tri(2-hexiloxi-2-metilpropil)fenol, 10 tri(2-noniloxi-2-metilpropil)fenol, tri(2-octadeciloxi-2-metilpropil)fenol, tri(2-cicloheptiloxi-2-metilpropil)fenol, tri(2-(etilcicloheptiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(etilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, 15 tri(2-(butilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(hexilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(trietilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(metilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(butilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, 20 tri(2-(heptilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(decilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(trietilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(tripentilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(trifenilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, 25 tri(2-(tripropilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(feniletoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(fenilpentiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(fenilociloxi)-2-metilpropil)fenol, 30 (dipropilamino)fenol, (dibutilamino)fenol, (dioctilamino)fenol, (dinonilamino)fenol, bis(dimetilamino)fenol, bis(dietilamino)fenol, bis(dipropilamino)fenol, bis(dibutilamino)fenol, bis(dipentilamino)fenol, bis(dihexilamino)fenol, bis(diheptilamino)fenol, bis(dioctilamino)fenol, bis(dinonilamino)fenol, bis(didecilamino)fenol, bis(dioctadecilamino)fenol, 35 (2-etilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(propilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(butilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(pentilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(hexilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(heptilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(decilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(bifenil)-2-metiletil)fenol, (2-(dimetilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(dietilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(dipentilfenil)-2-metiletil)fenol, 40 (2-(dihexilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(diheptilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(tripropilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(tributilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(etilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(propilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(butilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(pentilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(hexilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(heptilfenil)-2-metiletil)fenol, 45 di(2-(decilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(bifenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(dimetilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(dietilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(dipentilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(dihexilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(diheptilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(tripropilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(tributilfenil)-2-metiletil)fenol, 50 tri(2-(etilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(propilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(butilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(pentilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(hexilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(heptilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(decilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(bifenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(dimetilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(dietilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(dipentilfenil)-2-metiletil)fenol, 55 tri(2-(dihexilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(diheptilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(tripropilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(tributilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-etilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(propilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(butilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(pentilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(hexilfenil)-2-metilpropil)fenol, 60 (2-(heptilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(decilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(bifenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(dimetilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(dietilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(dipentilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(dihexilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(diheptilfenil)-2-metilpropil)fenol, (2-(tripropilfenil)-2-metilpropil)fenol, 65 (2-(tributilfenil)-2-metilpropil)fenol, di(2-(etilfenil)-2-metilpropil)fenol, di(2-(propilfenil)-2-metilpropil)fenol,	tri(2-(tributilfenoxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(triheptilfenoxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(trietilfenoxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(fenilmetoxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(fenilbutiloxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-(fenilheptiloxi)-2-metiletil)fenol, tri(2-metoxi-2-metilpropil)fenol, tri(2-butiloxi-2-metilpropil)fenol, tri(2-heptiloxi-2-metilpropil)fenol, tri(2-deciloxi-2-metilpropil)fenol, tri(2-ciclopentiloxi-2-metilpropil)fenol, tri(2-ciclooctiloxi-2-metilpropil)fenol, tri(2-(metilcicloheptiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(metilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(propilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(pentilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(tributilciclohexiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(fenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(etilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(pentilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(octilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(fenilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(tripropilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(trihexilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(trifenilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(tributilfenoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(fenilmetoxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(fenilpropiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(fenilhexiloxi)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(fenilnoniloxi)-2-metilpropil)fenol, 30 (dimetilamino)fenol, (dietilamino)fenol, (dihexilamino)fenol, (diheptilamino)fenol, (dioctadecilamino)fenol, (2-etilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(propilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(butilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(heptilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(decilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(dietilfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(dipentilfenil)-2-metiletil)fenol, 40 (2-(terfenil)-2-metiletil)fenol, (2-(tripropilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(etilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(propilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(butilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(pentilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(hexilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(heptilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(decilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(dietilfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(dipentilfenil)-2-metiletil)fenol, 45 di(2-(terfenil)-2-metiletil)fenol, di(2-(tripropilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(etilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(propilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(butilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(pentilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(hexilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(heptilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(decilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(dietilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(dipentilfenil)-2-metiletil)fenol, 50 tri(2-(terfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(tripropilfenil)-2-metiletil)fenol, tri(2-(butilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(pentilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(hexilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(heptilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(decilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(dietilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(dipentilfenil)-2-metilpropil)fenol, 55 tri(2-(terfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(tripropilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(butilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(pentilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(hexilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(heptilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(decilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(dietilfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(dipentilfenil)-2-metilpropil)fenol, 60 tri(2-(terfenil)-2-metilpropil)fenol, tri(2-(tripropilfenil)-2-metilpropil)fenol, di(2-(etilfenil)-2-metilpropil)fenol, di(2-(propilfenil)-2-metilpropil)fenol, di(2-(butilfenil)-2-metilpropil)fenol,
---	--	---

5 di(2-(pentilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 di(2-(octilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 di(2-(bifenil)-2-metilpropil)fenol,  
 di(2-(dipropilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 5 di(2-(dihexilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 di(2-(trimetilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 di(2-(tributilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 tri(2-(etilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 tri(2-(pentilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 10 tri(2-(octilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 tri(2-(bifenil)-2-metilpropil)fenol,  
 tri(2-(dipropilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 tri(2-(dihexilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 di(2-(trimetilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 15 tri(2-(tributilfenil)-2-metilpropil)fenol,  
 tri(dihexilamino)fenol, tri(diheptilamino)fenol,  
 tri(dioctilamino)fenol, tri(dinonilamino)fenol,  
 tri(didecilamino)fenol,  
 tri(didodecilamino)fenol y tri(dioctadecilamino)fenol.

20 Entre los ejemplos más preferentes de los compuestos hidroxilados aromáticos mencionados anteriormente se pueden incluir aquellos en los que el número de átomos de carbono que componen los R<sup>7</sup>, R<sup>8</sup>, R<sup>26</sup>, R<sup>27</sup> y R<sup>28</sup> es de 0 a 13 debido a la facilidad de transferencia de los mismos. Más preferentemente, el compuesto hidroxilado aromático es un compuesto hidroxilado aromático en el que R<sup>7</sup>, R<sup>8</sup>, R<sup>26</sup>, R<sup>27</sup> y R<sup>28</sup> son grupos que tienen 0 a 9 átomos de carbono seleccionados entre un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo opcionalmente sustituido, un grupo alcoxi lineal o ramificado, un grupo ariloxi opcionalmente sustituido y un grupo aralquilo opcionalmente sustituido.

Además, el compuesto hidroxilado aromático forma un éster del ácido carbámico N-sustituido y el éster del ácido carbámico N-sustituido se utiliza en forma de un precursor de isocianato. Aunque los detalles de un procedimiento para producir un isocianato derivado de un éster del ácido carbámico N-sustituido a partir del éster del ácido carbámico N-sustituido se describirán más adelante en el presente documento, este procedimiento implica la obtención de un compuesto hidroxilado aromático derivado del éster del ácido carbámico N-sustituido y un isocianato mediante descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido. Considerando la fórmula de reacción, el compuesto hidroxilado aromático formado en ese momento es un compuesto hidroxilado aromático contenido en la composición hidroxilada aromática utilizada cuando se produce el éster del ácido carbámico N-sustituido. Es decir, un compuesto hidroxilado aromático de fórmula (70) y, preferentemente, de fórmula (79), se produce como subproducto junto con isocianato durante la descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido. En una de las presentes realizaciones, aunque dependiendo del caso particular, el compuesto hidroxilado aromático y el isocianato se separan mediante destilación después de la etapa de descomposición térmica, y el compuesto hidroxilado aromático separado pueden reciclarse en forma de una composición hidroxilada aromática en la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y el compuesto hidroxilado aromático. Por lo tanto, considerando el proceso a través de la etapa de producción de isocianato, es necesario tener en cuenta la capacidad de separación del compuesto hidroxilado aromático que sirve como materia prima del éster del ácido carbámico N-sustituido y el isocianato formado a partir del éster del ácido carbámico N-sustituido. Aunque es difícil definir en general la capacidad de separación, se define sobre la base del hallazgo de que, en general, dos componentes que se van a separar se pueden separar adecuadamente mediante destilación desde el punto de vista industrial si los puntos de ebullición normales de los mismos están separados por 10°C o más. Por lo tanto, esta definición se refiere a un valor que está limitado por los medios de separación conocidos en la actualidad y no está destinado a servir como base de la presente realización.

50 <Compuesto que tiene grupo ureido>

Un compuesto que tiene un grupo ureido es un compuesto que se produce haciendo reaccionar con amina orgánica y derivado del ácido carbónico en uno de diversos procedimientos para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido a partir de amina orgánica, derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada. En este procedimiento, el compuesto que tiene el grupo ureido y la composición hidroxilada se hacen reaccionar para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido.

El compuesto que tiene el grupo ureido es un compuesto representado por la fórmula (80) siguiente:

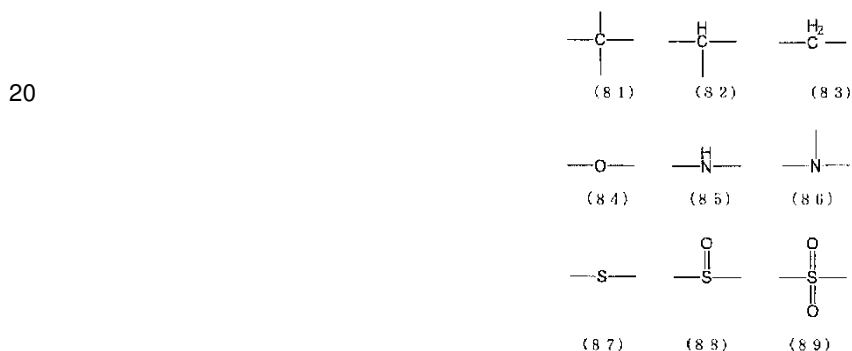


(en la que

R<sup>1</sup> representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con h número entre grupos ureido, y h representa un número entero de 1 a 10).

5 Un compuesto que tiene el grupo ureido representado por la fórmula (80) anterior es un compuesto que tiene "grupo ureido" tal como, se define en la regla C-971 de la nomenclatura estipulada por la IUPAC.

10 En la fórmula (80) anterior, R<sup>1</sup> representa un grupo alifático, un grupo aromático o un grupo unido a un grupo alifático y un grupo aromático, y representa un grupo compuesto por un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo cíclico (tal como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiroheterocíclico, un grupo de anillo heteroreticulado o grupo de anillo heterocíclico), un grupo unido de uno o más tipos entre grupos seleccionados entre los grupos hidrocarburo acíclicos mencionados anteriormente y grupos hidrocarburo cíclicos, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están unidos a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). Además, un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) como se ha descrito anteriormente está en un estado en el que los grupos mencionados anteriormente están unidos por un enlace covalente con, por ejemplo, grupos representados por las siguientes fórmulas (81) a (89).



25 Entre estos grupos R<sup>1</sup>, los grupos R<sup>1</sup>, que pueden utilizarse preferentemente en la presente realización en consideración de menor susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias, contienen grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos seleccionados entre grupos alifáticos y grupos aromáticos (tales como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo o un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral) y grupos unidos a, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre este grupo (grupos mutuamente sustituidos), que tienen de 1 a 85 átomos de carbono. En cuanto a la fluidez y similares, el número de átomos de carbono es, preferentemente, de 1 a 70 y, más preferentemente, de 1 a 13.

35 Entre los ejemplos preferentes de compuestos que tienen un grupo ureido compuesto por el grupo R<sup>1</sup> se pueden incluir:

- 40 1) monoureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R<sup>1</sup> tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R<sup>1</sup> está sustituido con un grupo ureido y h es 1,
- 45 2) poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R<sup>1</sup> tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R<sup>1</sup> está sustituido con un grupo ureido y h es 2 o más, y
- 3) poliureas orgánicas alifáticas N-sustituidas en las que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono opcionalmente sustituidos con un grupo aromático, y h es 2 ó 3.

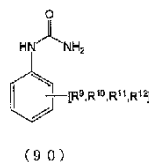
50 En las descripciones anteriores, los compuestos en los que los átomos unidos a un grupo ureido (principalmente, átomos de carbono) que están contenidos en un anillo aromático se indican como ureas orgánicas aromáticas N-sustituidas, mientras que los casos de unión a los átomos que no están en un anillo aromático (principalmente carbono) se indican como ureas orgánicas alifáticas N-sustituidas.

55 Aunque h en la fórmula (80) anterior es un número entero de 1 a 10, en el caso de utilizar una amina orgánica de fórmula (29) mencionada anteriormente como sustancia de partida, h es un número entero que no excede a de la amina orgánica representada por la fórmula (29).

A continuación se indican ejemplos preferentes de compuestos que tienen un grupo ureido.

1) Monoureas orgánicas N-aromáticas

Las monoureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y que contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R<sup>1</sup> está sustituido con un grupo ureido y h es 1, preferentemente ureas orgánicas N-aromáticas en las que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono y h es 1, y, más preferentemente, en consideración a la fluidez y similares, monoureas orgánicas N-aromáticas en las que el grupo R<sup>1</sup> tiene de 6 a 13 átomos de carbono y h es 1, que son monoureas orgánicas N-aromáticas representadas por la fórmula (90) siguiente.

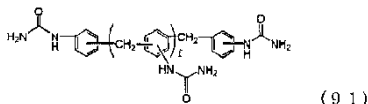


Como mínimo, una posición de la posición orto y/o la posición para el grupo ureido de la monourea orgánica aromática N-sustituída representada por la fórmula (90) no está sustituido, los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> representan, respectivamente, un grupo sustituido en una posición arbitraria que conserva las propiedades aromáticas del anillo, los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> pueden sustituir, respectivamente e independientemente, el anillo aromático, los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> pueden estar unidos mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático y representan átomos de hidrógeno, los grupos seleccionados entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo y un grupo arilo que tiene un grupo hidroxilo, o grupos seleccionados entre grupos en los que un grupo seleccionado entre el grupo mencionado anteriormente está compuesto por grupos unidos por enlaces alifáticos y/o enlaces éter, el número de átomos de carbono entre grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> es un número entero dentro de un intervalo de 0 a 7, y el número total de átomos de carbono que componen una monourea orgánica N-aromática representada por la fórmula (90) es de 6 a 13.

Entre los ejemplos preferentes de monoureas orgánicas N-aromáticas representadas por la fórmula (90) pueden incluirse aquellas en las que los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> son átomos de hidrógeno o grupos seleccionados entre grupos alquilo, tales como, un grupo metilo o un grupo etilo, y ejemplos de dichas monoureas orgánicas N-aromáticas pueden incluir N-fenilurea, N-(metilfenil)urea, N-(dimetilfenil)urea, N-(dietilfenil)urea, N-(dipropilfenil)urea, N-naftilurea, N-(metilnaftil)urea, N-dimetilnaftilurea y N-trimetilnaftilurea. Entre estas, es más preferente N-fenilurea.

2) Poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas

Poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono que contienen uno o más anillos aromáticos opcionalmente sustituidos con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el que el grupo R<sup>1</sup> está sustituido con un grupo ureido y h es 2 o más, preferentemente poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono y h es 2 o más, y, más preferentemente, teniendo en cuenta la fluidez y similares, poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R<sup>1</sup> contiene uno o más tipos de anillos aromáticos, el anillo aromático tiene de 6 a 13 átomos de carbono y puede estar sustituido además, con un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, y h es 2 o más. Entre los ejemplos de dichas poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas se pueden incluir N,N'-fenilendiurea, N,N'-metilfenilendiurea, N,N'-metilendifenilendiurea, N,N'-mesitilendiurea, N,N'-bifenilendiurea, N,N'-difenilendiurea, N,N'-propilendifenilendiurea, N,N'-oxi-difenilendiurea, bis(ureidofenoxietano), N,N'-xilenodiurea, N,N'-metoxifenildiurea, N,N'-etoxifenildiurea, N,N'-naftalenodiurea, N,N'-metilnaftalenodiurea y polimetilenopolifenil poliureas representadas por la fórmula (91) siguiente:



(en la que f representa un número entero de 0 a 6).

3) Poliureas orgánicas alifáticas N-sustituidas

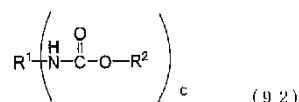
Poliureas orgánicas alifáticas N-sustituidas en las que el grupo R<sup>1</sup> de un compuesto que tiene el grupo ureido representado por la fórmula (80) es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y puede estar sustituido con un grupo aromático y h es 2 ó 3. Las poliureas orgánicas N-alifáticas más preferentes son poliureas N-orgánicas en las que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un

grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Más preferentemente, la poliurea orgánica aromática N-sustituida es una poliurea orgánica aromática N-sustituida en la que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo alifático que es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tal como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 1 a 70 átomos de carbono, y h es 2 ó 3. Teniendo en cuenta la fluidez y similares durante la producción industrial de grandes volúmenes, la poliurea orgánica alifática N-sustituida es, más preferentemente, una poliurea orgánica N-alifática en la que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 6 a 13 átomos de carbono y compuesto por átomos de carbono y átomos de hidrógeno. Es decir, esto se refiere al caso en el que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo o un grupo compuesto por los grupos alquilo y los grupos cicloalquilo. Entre los ejemplos de estos se pueden incluir diureas N-alifáticas, tales como, N,N'-etilendiurea, N,N'-propilendiurea, N,N'-butilendiurea, N,N'-pentametilendiurea, N,N'-hexametilendiurea o N,N'-decametilendiurea; triureas N-alifáticas, tales como, N,N',N''-hexametilentiurea, N,N',N''-nonametilentiurea o N,N',N''-decametilentiurea; y, poliureas N-alcíclicas sustituidas, tales como, N,N'-ciclobutilendiurea, N,N'-metilenediciclohexildiurea, 3-ureidometil-3,5,5-trimetilciclohexilurea (forma cis y/o trans) o metilenbis(ciclohexilurea).

<Éster del ácido carbámico N-sustituido>

El éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y el éster del -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido son compuestos que se producen a partir de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y un compuesto hidroxilado según el procedimiento de producción de la presente realización. Además, el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido es también un compuesto contenido en una composición para la transferencia y el almacenamiento del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Además, el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y el éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido pueden simplemente denominarse colectivamente como éster del ácido carbámico N-sustituido.

En primer lugar, se da una explicación del éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido. El éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido es el éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido obtenido en el caso de utilizar un alcohol como compuesto hidroxilado que compone una composición hidroxilada en la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada, y está representado por la fórmula (92) siguiente:



(en la que

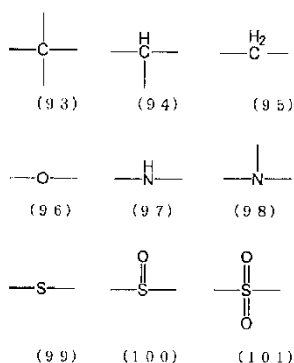
R<sup>1</sup> representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con c grupos de éster del ácido carbámico,

R<sup>2</sup> representa un grupo derivado de un alcohol que es un residuo en el que se ha eliminado del alcohol un único grupo hidroxilo unido a un átomo de carbono saturado del alcohol,

c representa un número entero igual o superior a 1 e igual o menor que a o igual o superior a 1 e igual o menor que h, y

a y h son los mismos que se han definido previamente).

En la fórmula (92) anterior, R<sup>1</sup> representa un grupo alifático, un grupo aromático o un grupo unido a un grupo alifático y un grupo aromático, y representa un grupo compuesto por un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo cíclico (tal como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo de anillo heteroreticulado o grupo de anillo heterocíclico), un grupo unido de uno o más tipos entre grupos seleccionados entre los grupos hidrocarburo acíclicos mencionados anteriormente y grupos hidrocarburo cíclicos, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están unidos a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). Además, un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio), como se ha descrito anteriormente, está en un estado en el que los grupos mencionados anteriormente están unidos por un enlace covalente con, por ejemplo, grupos representados por las siguientes fórmulas (93) a (101).



5

Entre estos grupos R<sup>1</sup>, los grupos R<sup>1</sup>, que pueden utilizarse preferentemente en la presente realización en consideración de menor susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias contienen grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos seleccionados entre grupos alifáticos y grupos aromáticos (tales como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo o un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral) y grupos unidos a, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre este grupo (grupos mutuamente sustituidos), que tienen de 1 a 85 átomos de carbono. En cuanto a la fluidez y similares, el número de átomos de carbono es, preferentemente, de 1 a 70 y, más preferentemente, de 1 a 13.

10

15

Entre los ejemplos preferentes de ésteres del ácido carbámico N-sustituido compuestos por el grupo R<sup>1</sup> se pueden incluir:

20

- 1) Ésteres del ácidos monocarbámicos orgánicos N-aromáticos en los que el grupo R<sup>1</sup> tiene de 6 a 85 átomos de carbono y que contiene uno o más tipos de un anillo aromático, y c es 1,
- 2) Ésteres del ácidos policarbámicos orgánicos N-aromáticos en los que el grupo R<sup>1</sup> tiene de 6 a 85 átomos de carbono y que contiene uno o más tipos de un anillo aromático, y c es 2 o más, y
- 3) ésteres policarbámicos orgánicos N-alifáticos en los que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono, y c es 2 ó 3.

25

Además, los grupos alifáticos más preferentes son grupos hidrocarburo lineales, grupos hidrocarburo cíclicos y un grupo unido por, como mínimo, un tipo de un grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (denominados, por ejemplo, grupos hidrocarburo cíclicos sustituidos con un grupo hidrocarburo lineal o grupos hidrocarburo lineales sustituidos con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 6 a 70 átomos de carbono.

30

Además, aunque c en la fórmula (92) anterior es un número entero de 1 a 10, en el caso de utilizar una amina orgánica de la fórmula (29) mencionada anteriormente como sustancia de partida, y es un número entero que no excede a de la amina orgánica representada por la fórmula (29).

35

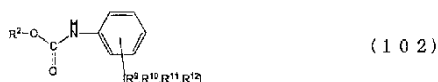
A continuación se indican ejemplos específicos de ésteres de O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido.

- 1) Éster del ácido monocarbámico orgánico N-aromático

40

El éster del ácido monocarbámico orgánico N-aromático en el que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo que tiene 6 a 85 átomos de carbono y que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con grupos éster del ácido carbámico" y c es 1, preferentemente ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono y que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con grupos éster del ácido carbámico" y c es 1, y, más preferentemente, en consideración de la fluidez y similares, ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo que tiene 6 a 13 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con grupos éster del ácido carbámico" y c es 1, que son ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representados por la fórmula (-102-) siguiente.

50



El grupo R<sup>1</sup> de ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representados por la fórmula (-102-) anterior es el mismo que se ha definido previamente. Los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> representan, respectivamente, un grupo sustituido en una posición arbitraria que conserva las propiedades aromáticas del anillo, los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> pueden sustituir, respectiva e independientemente, el anillo aromático, los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> pueden unirse mutuamente para formar un

55



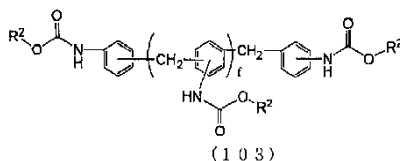
anillo con el anillo aromático y representan átomos de hidrógeno, grupos seleccionados entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo y un grupo arilo que tiene un grupo hidroxilo, o grupos seleccionados entre grupos en los que un grupo seleccionado entre el grupo mencionado anteriormente se compone entre grupos unidos por enlaces saturados alifáticos y/o enlaces éter, y el número total de átomos de carbono que componen un éster del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representado por la fórmula (-102-) es de 7 a 63.

Entre los ejemplos preferidos de ésteres de  $-O-R^2$  del ácido monocarbámico orgánico N-aromático -representados por la fórmula (-102-) se pueden incluir aquellos en los que los grupos  $R^9$  a  $R^{12}$  son átomos de hidrógeno o grupos seleccionados entre grupos alquilo, tales como, un grupo metilo o un grupo etilo.

## 2) Éster del ácido policarbámico orgánico N-aromático

Ésteres de  $-O-R^2$  del ácido policarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo  $R^1$  es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos por un grupo de éster del ácido carbámico" y  $c$  es 2 o más, preferentemente ésteres de  $-O-R^2$  del ácido policarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo  $R^1$  es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos por un grupo éster del ácido carbámico y"  $c$  es 2 o más y, más preferentemente, en consideración a la fluidez y similares, ésteres de  $-O-R^2$  del ácido policarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo  $R^1$  contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos por un grupo éster del ácido carbámico", el anillo aromático tiene de 6 a 13 átomos de carbono y pueden estar además sustituidos con un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, y  $c$  es 2 o más

Además, entre los ejemplos se pueden incluir ésteres de  $-O-R^2$  del ácido polimetilenoipolifenilpolicarbámico representados por la fórmula (-103-) siguiente:



(en la que

$R^2$  es igual a lo definido anteriormente, y  $f$  representa un número entero de 0 a 6).

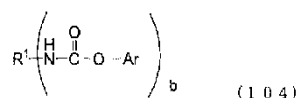
## 3) Éster de $-O-R^2$ del ácido policarbámico orgánico N-alifático

Éster de  $-O-R^2$  del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el  $R^1$  de un éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (92) es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y  $c$  es 2 o más. Más preferente, los ésteres de  $-O-R^2$  del ácido carbámico N-sustituido son ésteres de  $-O-R^2$  del ácido carbámico N-sustituido en los que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Más preferentemente, el éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático es un éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el grupo  $R^1$  es un grupo alifático que es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburos acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tal como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 1 a 70 átomos de carbono, y  $c$  es 2 ó 3. Teniendo en cuenta la fluidez y similares durante la producción industrial de grandes volúmenes, el éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático es, más preferentemente, un éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el grupo  $R^1$  es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburos acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tal como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 6 a 13 átomos de carbono y compuesto por átomos de carbono y átomos de hidrógeno. Es decir, esto se refiere al caso en el que el grupo  $R^1$  es un grupo alquilo lineal y/o ramificado, un grupo cicloalquilo o un grupo compuesto por los grupos alquilo y los grupos cicloalquilo.

Aunque no se pueden enumerar todos los ejemplos de ésteres de  $-O-R^2$  del ácido carbámico N-sustituido, ya que la estructura específica de los mismos está determinada por el tipo de amina orgánica utilizada y el tipo de alcohol que compone la composición hidroxilada, entre los ejemplos se incluyen N,N'-hexanodil-di(éster metílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster etílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster propílico del ácido

carbámico), N,N'-hexanodiil-di(éster butílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodiil-di(éster pentílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodiil-di(éster hexílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodiil-di(éster heptílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodiil-di(éster octílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodiil-di(éster nonílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodiil-di(éster decílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodiil-di(éster dodecílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodiil-di(éster octadecílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster metílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster etílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster propílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster butílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster pentílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster hexílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster heptílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster octílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster nonílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster decílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster dodecílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenilen-di(éster octadecílico del ácido carbámico), éster metílico del ácido 3-(metoxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster etílico del ácido 3-(etoxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster propílico del ácido 3-(propiloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster butílico del ácido 3-(butiloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster pentílico del ácido 3-(pentiloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster hexílico del ácido 3-(hexiloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster heptílico del ácido 3-(heptiloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster octílico del ácido 3-(octiloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster nonílico del ácido 3-(noniloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster decílico del ácido 3-(deciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster dodecílico del ácido 3-(dodeciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster octadecílico del ácido 3-(octadeciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, toluen-di(éster metílico del ácido carbámico), toluen-di(éster etílico del ácido carbámico), toluen-di(éster propílico del ácido carbámico), toluen-di(éster butílico del ácido carbámico), toluen-di(éster pentílico del ácido carbámico), toluen-di(éster hexílico del ácido carbámico), toluen-di(éster heptílico del ácido carbámico), toluen-di(éster octílico del ácido carbámico), toluen-di(éster nonílico del ácido carbámico), toluen-di(éster decílico del ácido carbámico), toluen-di(éster dodecílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster metílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster etílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster propílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster butílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster pentílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster hexílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster heptílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster octílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster nonílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster decílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster dodecílico del ácido carbámico), N,N'-metilendiciclohexil-di(éster octadecílico del ácido carbámico), éster metílico del ácido N-fenilcarbámico, éster etílico del ácido N-fenilcarbámico, éster propílico del ácido N-fenilcarbámico, éster butílico del ácido N-fenilcarbámico, éster pentílico del ácido N-fenilcarbámico, éster hexílico del ácido N-fenilcarbámico, éster heptílico del ácido N-fenilcarbámico, éster octílico del ácido N-fenilcarbámico, éster nonílico del ácido N-fenilcarbámico, éster decílico del ácido N-fenilcarbámico, éster dodecílico del ácido N-fenilcarbámico, éster octadecílico del ácido N-fenilcarbámico, éster metílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico, éster etílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico, éster propílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico, éster butílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico, éster pentílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico, éster hexílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico, éster heptílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico, éster octílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico, éster nonílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico, éster decílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico, éster dodecílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico y éster octadecílico del ácido N-dimetilfenilcarbámico.

A continuación, se da una explicación del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. El éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido es el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido obtenido en el caso de utilizar un alcohol como compuesto hidroxilado aromático como compuesto hidroxilado que compone una composición hidroxilada en la reacción entre una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada, y está representado por la fórmula (-104-) siguiente:



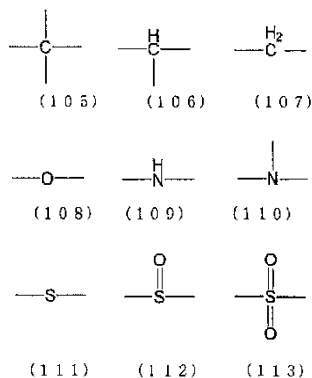
(en la que

R<sup>1</sup> representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con b grupos de éster del ácido carbámico,

Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha eliminado del compuesto hidroxilado aromático un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto hidroxilado aromático, y

b representa un número entero de 1 a 10).

En la fórmula (-104-) anterior, R<sup>1</sup> representa un grupo alifático o un grupo aromático, un grupo compuesto por un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo cíclico (tal como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo de anillo heteroreticulado o grupo heterocíclico), un grupo unido de uno o más tipos entre grupos seleccionados entre los grupos hidrocarburo acíclicos mencionados anteriormente y grupos hidrocarburo cíclicos, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están unidos a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). Además, un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) como se ha descrito anteriormente está en un estado en el que los grupos mencionados anteriormente están unidos por un enlace covalente con, por ejemplo, grupos representados por las siguientes fórmulas (-105-) a (113).



Entre estos grupos R<sup>1</sup>, los grupos R<sup>1</sup>, que pueden utilizarse preferentemente en la presente realización en consideración de menor susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias contienen grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos seleccionados entre grupos alifáticos o grupos aromáticos (tales como, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de ensamblaje en anillo o un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral) y grupos unidos a, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre este grupo (grupos mutuamente sustituidos), que tienen de 1 a 85 átomos de carbono. En cuanto a la fluidez y similares, el número de átomos de carbono es, preferentemente, de 1 a 70 y, más preferentemente, de 1 a 13.

Entre los ejemplos preferentes de ésteres de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido compuestos por el grupo R<sup>1</sup> se pueden incluir:

- 1) Ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromáticos en los que el grupo R<sup>1</sup> tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo de éster del ácido carbámico", y b es 1,
- 2) Ésteres del ácido policarbámico orgánico N-aromáticos en los que el grupo R<sup>1</sup> tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo de éster del ácido carbámico", y b es 2 o más, y
- 3) Ésteres del ácido policarbámico orgánico N-alifático en los que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono, y b es 2 ó 3. Los grupos alifáticos más preferentes son grupos hidrocarburo lineales, grupos hidrocarburo cíclicos y, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y grupos de hidrocarburo cíclicos (en referencia a, por ejemplo, grupos hidrocarburo cíclicos sustituidos con un grupo hidrocarburo lineal o grupos hidrocarburo lineales sustituidos con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene 6 a 70 átomos de carbono.

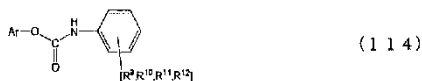
Además, aunque b en la fórmula (-104-) anterior es un número entero de 1 a 10, en el caso de utilizar una amina orgánica de la fórmula (29) mencionada anteriormente como sustancia de partida, b es un número entero que no excede a de la amina orgánica representada por la fórmula (29).

A continuación se indican ejemplos específicos de ésteres del ácido carbámico N-sustituido.

- 1) Éster del ácido monocarbámico orgánico N-aromático

El éster del ácido monocarbámico orgánico N-aromático en el que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo que tiene 6 a 85 átomos de carbono y que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos y b es 1, preferentemente ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono y que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con grupo éster del ácido carbámico" y b es 1, y, más preferentemente, en consideración a la fluidez y similares, ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-

aromático en los que el grupo  $R^1$  tiene de 6 a 13 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con grupos éster del ácido carbámico" y b es 1, que son ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representados por la fórmula (114) siguiente.



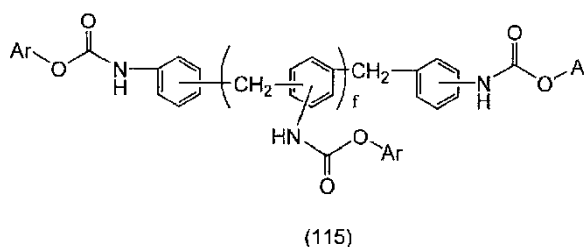
5 El grupo  $R^1$  de ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representados por la fórmula (114) anterior es el mismo que se ha definido previamente. Los grupos  $R^9$  a  $R^{12}$  representan, respectivamente, un grupo sustituido en una posición arbitraria que conserva las propiedades aromáticas del anillo, los grupos  $R^9$  a  $R^{12}$  pueden sustituir, respectiva e independientemente, el anillo aromático, los grupos  $R^9$  a  $R^{12}$  pueden unirse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático y representan átomos de hidrógeno, grupos seleccionados entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo y un grupo arilo que tiene un grupo hidroxilo, o grupos seleccionados entre grupos en los que un grupo seleccionado de entre el grupo mencionado anteriormente se compone entre grupos unidos por enlaces saturados alifáticos y/o enlaces éter, y el número total de átomos de carbono que componen un éster del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representado por la fórmula (114) es de 7 a 63.

Entre los ejemplos preferentes de ésteres de -O-Ar del ácido monocarbámico orgánico N-aromático -representados por la fórmula (114) se pueden incluir aquellos en los que los grupos  $R^9$  a  $R^{12}$  son átomos de hidrógeno o grupos seleccionados entre grupos alquilo, tales como, un grupo metilo o un grupo etilo.

## 2) Éster del ácido policarbámico orgánico N-aromático

Ésteres de -O-Ar del ácido policarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo  $R^1$  es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos por un grupo de éster del ácido carbámico" y b es 2 o más, preferentemente ésteres de -O-Ar del ácido policarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo  $R^1$  es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos por un grupo éster del ácido carbámico" y b es 2 o más y, más preferentemente, en consideración a la fluidez y similares, ésteres de -O-Ar del ácido policarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo  $R^1$  contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos por un grupo éster del ácido carbámico", el anillo aromático tiene de 6 a 13 átomos de carbono y pueden estar, además, sustituidos con un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, y b es 2 o más.

Además, entre los ejemplos se pueden incluir ésteres de -O-Ar del ácido polimetileno-polifenilpolicarbámico representados por la fórmula siguiente (115):



(en la que

Ar es igual a lo definido anteriormente, y f representa un número entero de 0 a 6).

## 3) Éster de -O-Ar del ácido policarbámico orgánico N-alifático

Éster de -O-Ar del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el grupo  $R^1$  de una amina orgánica representada por la fórmula (29) es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y b es 2 ó 3. Más preferente, los ésteres de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido son ésteres de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en los que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Más preferentemente, el éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático es un éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el grupo  $R^1$  es un grupo alifático que es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburos acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tal como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo

hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 1 a 70 átomos de carbono, y b es 2 ó 3. Teniendo en cuenta la fluidez y similares durante la producción industrial de grandes volúmenes, el éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático es, más preferentemente, un éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está unido, como mínimo, un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburos acíclicos y los grupos hidrocarburos cíclicos (tal como, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 6 a 13 átomos de carbono y compuesto por átomos de carbono y átomos de hidrógeno. Es decir, esto se refiere al caso en el que el grupo R<sup>1</sup> es un grupo alquilo lineal y/o ramificado, un grupo cicloalquilo o un grupo compuesto por los grupos alquilo y los grupos cicloalquilo.

Aunque no se pueden enumerar todos los ejemplos de ésteres de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, ya que la estructura específica de los mismos está determinada por el tipo de amina orgánica utilizada y el tipo de compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada, entre los ejemplos se pueden incluir N,N'-hexanodil-di(éster fenílico del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (metilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (etilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (propilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (butilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (pentilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (hexilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (heptilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (octilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (nonilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (decilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (dodecilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(éster (octadecilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (dimetilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (dietilfenil) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (dipropilfenil) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (dibutilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (dipentilfenil) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (dihexilfenil) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (diheptilfenil) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (dioctilfenil) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (dinonilfenil) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (didecilfenil) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (didodecilfenil) del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(éster (dioctadecilfenil) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster fenílico del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (metilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (etilfenil) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (propilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (butilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (pentilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (hexilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (heptilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (octilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (nonilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (decilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (dodecilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-di(éster (octadecilfenil) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (dimetilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (dietilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (dipropilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (dibutilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (dipentilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (dihexilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (diheptilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (dioctilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (dinonilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (didecilfenílico) del ácido carbámico), N,N'-metilendifenil-bis(éster (dioctadecilfenílico) del ácido carbámico), éster fenil del ácido 3-(fenoxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster (metilfenílico) del ácido 3-((metilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster (etilfenílico) del ácido 3-((etilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster (propilfenílico) del ácido 3-((propilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster (butilfenílico) del ácido 3-((butilfenoxicarbonil)amino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, éster (pentilfenílico) del ácido 3-((pentilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (hexilfenílico) del ácido 3-((hexilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (heptilfenílico) del ácido 3-((heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (octilfenílico) del ácido 3-((octilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (nonilfenílico) del ácido 3-((nonilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (decilfenílico) del ácido 3-((decilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (dodecilfenílico) del ácido 3-((dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (octadecilfenílico) del ácido 3-((octadecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (dimetilfenílico) del ácido 3-((dimetilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (dietilfenílico) del ácido 3-((dietilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (dipropilfenílico) del ácido 3-((dipropilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (dibutilfenílico) del ácido 3-((dibutilfenoxicarbonil)amino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (dipentilfenílico) del ácido 3-((dipentilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (dihexilfenílico) del ácido 3-((dihexilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (diheptilfenílico) del ácido 3-((diheptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (dioctilfenílico) del ácido 3-((dioctilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (dinonilfenílico) del ácido 3-((dinonilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, éster (didecilfenílico) del ácido



<Composición para la transferencia y almacenamiento de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido>

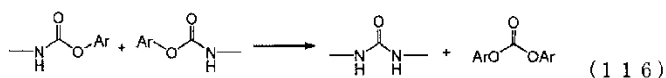
A continuación, se da una explicación de la composición para la transferencia y almacenamiento de un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización. El éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido al que se hace referencia en el presente documento es un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (-104-) mencionada anteriormente.

En general, los ésteres de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido forman fácilmente enlaces de hidrógeno entre moléculas de los mismos mediante grupos éster que componen el éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Por esta razón, hay muchos casos en los que los ésteres de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tienen puntos de fusión elevados. En el caso de transferir dicho éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la transferencia se lleva a cabo, tal como, mediante formación de gránulos. Como alternativa, también se emplean procedimientos en los que se calienta un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido a una temperatura superior a su punto de fusión para transferir el éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma de líquido.

En el caso de transferir un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido que ha sufrido un proceso de conformación, hay casos en los que esto provoca la obstrucción de la línea de transferencia, ya que existe una variación considerable en la forma del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. En consecuencia, hay muchos casos en los que se requieren aparatos complicados para transferir de forma estable una cantidad fija de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido o se requiere una etapa para alinear la forma del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido a dentro de un cierto intervalo.

Por otra parte, en el caso de transferir un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma de líquido, es necesario calentar el éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido a una temperatura superior al punto de fusión del mismo, en consideración a la prevención de la obstrucción durante la transferencia. En el caso de mantener un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en unas temperaturas tan elevadas, frecuentemente hay casos en los que se puede formar isocianato en lugares indeseables debido a la aparición de una reacción de descomposición térmica del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido o a la aparición de una reacción de desnaturalización térmica del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. En particular, dado que los ésteres de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tienen una temperatura de descomposición térmica más baja que los ésteres de O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido, los grupos isocianato se forman fácilmente por descomposición térmica de estos ésteres de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

La composición de la presente realización demuestra el efecto de ser capaz de mantener la estabilidad de un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante la inhibición de la desnaturalización térmica del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en la composición durante la transferencia o almacenamiento de la composición. Aunque no está claro el mecanismo por el que se demuestra el efecto de inhibición de la desnaturalización térmica del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, los inventores de la presente invención supusieron que, como resultado de que el compuesto hidroxilado aromático que compone la composición forme enlaces de hidrógeno con enlaces de uretano (-NHCO -O-) del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, se forma un estado en el que los enlaces de uretano tienen dificultad para aproximarse entre sí, lo que dificulta que se produzca la reacción que forma grupos de ureileno como en, por ejemplo, la fórmula (116) siguiente.



La composición para la transferencia y el almacenamiento se puede utilizar, preferentemente, en la producción de isocianato en particular. Más específicamente, este procedimiento incluye producir isocianato transfiriendo la composición para su transferencia y almacenamiento a un reactor de descomposición térmica y sometiendo el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido contenido en la composición a una reacción de descomposición térmica.

En la composición para la transferencia y el almacenamiento de la presente realización, el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido contenido en la composición es, preferentemente, un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido obtenido haciendo reaccionar una amina orgánica, derivado de un ácido carbónico (que se explicará con detalle más adelante) y una composición hidroxilada aromática.

En general, en el caso de que la composición para la transferencia y el almacenamiento contenga urea, un compuesto que tiene un grupo ureido (-NHCONH<sub>2</sub>), un biuret, o un compuesto que tiene un biuret terminal (-NHCONHCONH<sub>2</sub>) (y particularmente un compuesto derivado de una amina orgánica que se forma en una reacción entre una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada aromática en el caso en el que el éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido es un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido obtenido mediante la reacción de la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada aromática) (a los que se hará referencia como "compuestos que contienen N"), hay muchos casos en los que reaccionan con el isocianato formado durante la descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido, dando como resultado polímeros que se adhieren o solidifican en el reactor, ya que estos compuestos tienen hidrógenos activos.

Además, también hay casos en los que estos compuestos que contienen N forman productos de la descomposición térmica, tales como, amoníaco y ácido isocianico, debido a la descomposición térmica de estos compuestos en sí mismos, lo que da como resultado la formación de polímeros inactivos debido a la reacción con isocianato.

5 Sin embargo, los inventores de la presente invención descubrieron que una composición que contiene una cantidad específica de compuesto que contiene N contribuye a la inhibición de reacciones de desnaturalización del éster de  
 10 -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido durante la transferencia y el almacenamiento de la composición. Además, los inventores de la presente invención también descubrieron que esta composición tiene el efecto de aumentar el rendimiento de isocianato cuando se produce isocianato utilizando la composición. Este efecto era, hasta ahora,  
 15 desconocido y es sorprendente. Aunque el mecanismo por el cual se demuestra este efecto no está claro, los inventores de la presente invención han supuesto que, durante la transferencia y el almacenamiento de la composición, el compuesto que contiene N atrapa pequeñas cantidades de agua y oxígeno presentes inhibiendo de este modo la desnaturalización del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Además, los inventores de la presente invención también han supuesto que, durante la producción de isocianato utilizando la composición, el compuesto que contiene N funciona como catalizador de la descomposición térmica del éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

Por tanto, la composición para la transferencia y el almacenamiento es, preferentemente, una composición en la que el éster O-Ar del ácido carbámico N-sustituido es un éster O-Ar del ácido carbámico N-sustituido producido a partir  
 20 de la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada aromática, y la composición para la transferencia y el almacenamiento contiene, como mínimo, un tipo de urea y/o éster del ácido carbámico y/o biuret y/o compuesto que tiene un grupo biuret terminal, (-NH-(C=O)-NH-(C=O)-NH<sub>2</sub>), derivado de una amina orgánica y que se forma en una reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada aromática.

25 Los componentes que componen la composición de la presente realización, así como las relaciones compuestas de cada componente son como se indica a continuación.

En la composición para la transferencia y el almacenamiento, la relación del número de moléculas (B) de un  
 30 compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática y el número entre grupos éster (A) que componen el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en la composición para la transferencia y el almacenamiento está, preferentemente, dentro de un intervalo de 1 a 100. En el caso de asumir un mecanismo como el descrito anteriormente, aunque B está, preferentemente, en un exceso grande con respecto a A, puesto que las concentraciones de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y los compuestos que contienen N  
 35 contenidos en la composición son, preferentemente, tan bajas como sea posible, por otra parte, si se utiliza una cantidad demasiado excesiva de la composición hidroxilada aromática, la eficiencia de la transferencia del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido puede disminuir o el tanque de almacenamiento utilizado durante el almacenamiento se vuelve excesivamente grande. Además, cuando se produce isocianato utilizando la composición para la transferencia y el almacenamiento (que se describirá más adelante), puede producirse fácilmente una  
 40 reacción inversa entre el compuesto hidroxilado aromático presente en gran exceso y el isocianato formado, o la eficiencia de la formación del isocianato puede disminuir. Considerando los puntos anteriores, la relación de B y A es, más preferentemente, de 2 a 50 y aún más preferentemente de 3 a 20. El compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática contenido preferentemente en la composición es un compuesto hidroxilado aromático representado por las fórmulas (46), (55), (56), (67), (70) o (79) mencionadas anteriormente.

45 El compuesto que contiene N es urea (H<sub>2</sub>N-C(=O)-NH<sub>2</sub>), éster del ácido carbámico, biuret (H<sub>2</sub>N-C(=O)-NH-C(=O)-NH<sub>2</sub>) o compuesto que tiene un grupo biuret terminal (-NH-(C=O)-NH-(C=O)-NH<sub>2</sub>)d de una amina orgánica que se forma en una reacción entre amina orgánica, derivado del ácido carbónico y composición hidroxilada aromática. El contenido preferente del mismo en la composición es como se indica a continuación.

50 La composición para la transferencia y el almacenamiento es, además, una composición para la transferencia y el almacenamiento en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido es un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido obtenido haciendo reaccionar una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada aromática, en la que el total del número de moléculas de urea (H<sub>2</sub>N-C(=O)-NH<sub>2</sub>) (V), el número de  
 55 moléculas de éster del ácido carbámico(W), el número de moléculas de biuret (H<sub>2</sub>N-C(=O)-NH-C(=O)-NH<sub>2</sub>) (X) y el número total entre grupos de biuret terminal (-NH-(C=O)-NH-(C=O)vNH<sub>2</sub>) de un compuesto que tiene grupos de biuret terminales derivados de una amina orgánica que se forma en una reacción entre amina orgánica, derivado del ácido carbónico y composición hidroxilada aromática (Y), a saber (V+W+X+Y), es, preferentemente, de 0,0001 a 0,05 basado en el número de ésteres -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

60 Como se ha descrito anteriormente, una cierta cantidad de compuesto N-sustituido está contenida, preferentemente, en la composición a fin de estabilizar el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y mejorar el rendimiento de isocianato. Por otro lado, sin embargo, si está contenida una cantidad excesivamente grande de compuesto N-sustituido, se pueden formar polímeros y adherirse a o solidificar en el reactor debido a la reacción con el  
 65 isocianato formado durante la descomposición térmica. Por lo tanto, el número total mencionado anteriormente (V + W + X + Y) está, preferentemente, dentro de un intervalo de 0,0001 a 0,03 y, más preferentemente, dentro de un



intervalo de 0,0001 a 0,01 basado en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. El número total (V + W + X + Y) se puede determinar por procedimientos conocidos. Por ejemplo, los componentes contenidos en la composición pueden identificarse y cuantificarse mediante análisis de la composición por un procedimiento, tal como, cromatografía de gases o cromatografía de líquidos. Además, aunque anteriormente se ha definido que el límite inferior es 0,0001, este fue establecido por los inventores de la presente invención basándose en el límite inferior de detección al determinar el número total de (V + W + X + Y).

Además, la composición para la transferencia y el almacenamiento es, preferentemente, una composición que contiene un éster del ácido carbónico derivado de la composición hidroxilada aromática. Los inventores de la presente invención descubrieron que una composición que contenía una cantidad específica de un éster del ácido carbónico derivado de la composición hidroxilada aromática contribuye a la estabilización del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido durante la transferencia de la composición y durante el almacenamiento de la composición. Este efecto era hasta ahora desconocido y es sorprendente. Aunque el mecanismo por el cual se demuestra este efecto no está claro, los inventores de la presente invención han supuesto que, de forma similar al caso de los compuestos que contienen N, el éster del ácido carbónico atrapa pequeñas cantidades de agua y oxígeno presentes durante la transferencia y el almacenamiento de la composición, inhibiendo de este modo la desnaturalización del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. El contenido preferente del éster del ácido carbónico es tal que el número de ésteres del ácido carbónico derivados de la composición hidroxilada aromática está en un intervalo de desde 0,0001 a 0,05 basado en el número de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Aunque es preferente que el éster del ácido carbónico esté contenido en un cierto grado, ya que hay casos en los que se producen reacciones secundarias durante la descomposición térmica si el éster del ácido carbónico está contenida en gran exceso, un intervalo del mismo es, preferentemente, de 0,0001 a 0,03 y, más preferentemente, de 0,0001 a 0,01. Un éster del ácido carbónico, preferentemente contenido en la composición, es un éster del ácido carbónico representado por la fórmula (44) mencionada anteriormente y hay muchos casos en los que el éster del ácido carbónico es un compuesto formado por una reacción con el derivado del ácido carbónico mencionado anteriormente y la composición hidroxilada en el curso de la producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

La composición para la transferencia y el almacenamiento también puede contener un componente que no sea los compuestos descritos anteriormente (éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, compuesto hidroxilado aromático, compuesto que contiene N y éster del ácido carbónico). Entre los ejemplos de dichos componentes se pueden incluir compuestos que tienen un grupo ureileno (-NHCONH-) en una molécula de los mismos, productos de reorganización de Fries de ésteres de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituidos, ésteres del ácido carbámico no N-sustituido, compuestos que tienen un grupo ureido, agua, alcoholes y gases inertes (tales como, nitrógeno gaseoso, dióxido de carbono gaseoso, argón gaseoso o amoníaco).

Además, se puede hacer referencia a un grupo ureileno (-NHCONH-) como un grupo ureína en la explicación de la presente realización.

Aunque no existen limitaciones particulares sobre las cantidades en las que están contenidos estos componentes, las cantidades de los mismos se ajustan, preferentemente, según exija la ocasión si parece que se producen reacciones secundarias adversas en función de la temperatura de almacenamiento y similares. Componentes particularmente dignos de mención son oxígeno, amoníaco, agua, sustancias oxidantes y sustancias reductoras. Hay muchos casos en los que la composición para la transferencia y el almacenamiento contiene compuestos que contienen átomos de nitrógeno, o el compuesto hidroxilado aromático puede estar desnaturalizado, como resultado de su oxidación por el oxígeno, lo que da como resultado la aparición de fenómenos tales como, coloración. Además, puesto que la composición se convierte en una composición inflamable en casi todos los casos, el oxígeno gaseoso debe manipularse utilizando procedimientos conocidos de la misma manera que el almacenamiento normal de sustancias químicas orgánicas llevado a cabo en este campo técnico. Por ejemplo, la concentración de oxígeno en fase gaseosa en un tanque de almacenamiento se controla mediante purga con nitrógeno, de manera que la concentración de oxígeno es 10% o menos, preferentemente 1% o menos y más preferentemente 100 ppm o menos. En el caso de permitir que un gas inerte, tal como, nitrógeno, fluya a través de partes de la fase gaseosa, la concentración de oxígeno del gas inerte se controla a 10 ppm o menos. La composición contiene amoníaco a de 1 a 1.000 ppm, preferentemente de 1 a 300 ppm, más preferentemente de 1 a 100 ppm y de la forma más preferente de 1 a 10 ppm.

Además, la composición, preferentemente, no contiene un catalizador de la transesterificación (el catalizador de la transesterificación se refiere a un catalizador utilizado en una reacción de una etapa de transesterificación que se va a describir más adelante). Como resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, se descubrió que el catalizador de la transesterificación tenía el efecto de facilitar la aparición de la reacción que produce la desnaturalización del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Por lo tanto, el contenido del catalizador de la transesterificación es, preferentemente, 2-000 ppm o menos, más preferentemente 600 ppm o menos, incluso más preferentemente 200 ppm o menos y, de la forma más preferente, 20 ppm o menos.

Aunque la cantidad de amoníaco es, preferentemente, lo más baja posible considerando el equilibrio como también se conoce en la materia anterior, se descubrió, sorprendentemente, que tiene el efecto de inhibir las reacciones de

inhibición causantes de la desnaturalización del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido por componentes catalizadores en la composición (tales como, iones metálicos y catalizadores de la transesterificación disueltos en ella) cuando están presentes en cantidades pequeñas. La cantidad de amoníaco descrita anteriormente es la cantidad de amoníaco en el inicio de la transferencia y el almacenamiento, y, como se ha explicado anteriormente, puede consumirse durante la transferencia y el almacenamiento debido al efecto de la inhibición de los componentes del catalizador. La composición para la transferencia y el almacenamiento tiene, preferentemente, la cantidad de amoníaco descrita anteriormente durante la producción de la composición para la transferencia y el almacenamiento, durante la preparación de la misma, al colocar la composición en un tanque de almacenamiento, o al principio de la transferencia. Un procedimiento conocido puede llevarse a cabo para ajustar la cantidad de amoníaco, tal como, purgar una fase líquida con un gas inerte tal como, nitrógeno.

Por otra parte, los intervalos descritos anteriormente son preferentes para la cantidad de catalizador de la transesterificación contenido en la composición como se ha descrito anteriormente. El catalizador de la transesterificación se refiere a un compuesto del ácido Lewis o de metal de transición que forma un ácido de Lewis, compuesto de estaño orgánico, metal entre el grupo del cobre, compuesto metálico entre el grupo del cinc o del hierro. Entre los ejemplos específicos se pueden incluir ácidos de Lewis y compuestos de metales de transición que forman un ácido de Lewis, tales como,  $AlX_3$ ,  $TiX_3$ ,  $TiX_4$ ,  $VOX_3$ ,  $VX_5$ ,  $ZnX_2$ ,  $FeX_2$  o  $SnX_4$  (en los que X representa un halógeno, un grupo acetoxi, un grupo alcoxi o un grupo arilo); compuestos de estaño orgánico, tales como,  $(CH_3)_3SnOCHCH_3$ ,  $(C_2H_5)SnOCOC_6H_5$ ,  $Bu_3SnOCOCH_3$ ,  $Ph_3SnOCOCH_3$ ,  $Bu_2Sn(OCOCH_3)_2$ ,  $Bu_2Sn(OCOC_{11}H_{23})_2$ ,  $Ph_3SnOCH_3$ ,  $(C_2H_5)_3SnOPh$ ,  $Bu_2Sn(OCH_3)_2$ ,  $Bu_2Sn(OC_2H_5)_2$ ,  $Bu_2Sn(OPh)_2$ ,  $Ph_2Sn(CH_3)_2$ ,  $(C_2H_5)_3SnOH$ ,  $PhSnOH$ ,  $Bu_2SnO$ ,  $(C_8H_{17})_2SnO$ ,  $Bu_2SnCl$  or  $BuSnO(OH)$ ; compuestos de metales de la familia del cobre, tales como,  $CuCl$ ,  $CuCl_2$ ,  $CuBr$ ,  $CuBr_2$ ,  $CuI$ ,  $CuI_2$ ,  $Cu(OAc)_2$ ,  $Cu(acac)_2$ , olefinato de cobre,  $Bu_2Cu$ ,  $(CH_3O)_2Cu$ ,  $AgNO_3$ ,  $AgBr$ , picrato de plata o  $AgC_6H_6ClO_4$ ; compuesto de cinc, tales como,  $Zn(acac)$ ; y compuestos de metales de la familia del hierro, tales como,  $Fe(C_{10}H_8)(CO)_5$ ,  $Fe(CO)_5$ ,  $Fe(C_4H_6)(CO)_3$ ,  $Co(mesitileno)_2(Pet_2Ph)_2$ ,  $COC_5F_5(CO)_7$  o ferroceno. (En el listado anterior de ejemplos, Bu se refiere a un grupo butilo, Ph se refiere a un grupo fenilo, y acac se refiere a un ligando de quelato de acetil acetona.)

Aunque varía según la composición de la composición, la concentración de agua se manipula al 10% en peso o menos y, preferentemente, 1% en peso o menos, ya que la presencia de una gran cantidad de agua puede causar fenómenos que impiden que la composición sea uniforme y, en el caso de utilizar la composición como materia prima de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la concentración de agua se controla, más preferentemente, a 100 ppm o menos, ya que la presencia de una gran cantidad de agua puede causar utilizar reacciones secundarias derivadas del agua. La concentración de agua puede controlarse mediante un procedimiento conocido, tal como, la utilización de un agente deshidratante o desecante, destilación a presión reducida, presión incrementada o presión normal, o purgar una fase líquida con un gas inerte para eliminar el agua junto con el gas inerte. Dado que la presencia de una sustancia oxidante o sustancia reductora puede causar la desnaturalización del compuesto hidroxilado aromático, estas sustancias se controlan mediante un procedimiento conocido para controlar los compuestos hidroxilados aromáticos. Sustancias oxidantes hace referencia a los ácidos de Bronsted, tales como, ácidos orgánicos o ácidos inorgánicos, y ácidos de Lewis, mientras que sustancias reductoras hace referencia a bases de Bronsted, tales como, bases orgánicas o bases inorgánicas, bases de Lewis e hidrógeno gaseoso. Las sustancias reductoras no incluyen compuestos derivados de la composición, tales como, el amoníaco, derivado del ácido carbónico o compuestos que componen la composición mencionados anteriormente.

Aunque no existen limitaciones particulares sobre las condiciones de almacenamiento y transferencia de la composición, existen condiciones en las que una reacción de descomposición térmica del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se produce de forma extremadamente fácil a temperaturas altas. Aunque varía según el período de almacenamiento, aunque el almacenamiento se lleva a cabo dentro de un intervalo de -40 a 280°C, y en los casos en que la fluidez y la estabilidad están deterioradas, de de 0 a 260°C y, preferentemente de 40 a 260°C, se puede controlar la temperatura de almacenamiento correspondiente a la aplicación de la composición, el período de almacenamiento y la facilidad de manipulación de la composición. Aunque el almacenamiento y la transferencia se llevan a cabo dentro de sus respectivos intervalos de temperatura, cuando se utiliza la composición como materia prima para la producción de isocianato y cuando se transfiere a un reactor para la descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la transferencia puede llevarse a cabo después de confirmar que la transferencia puede llevarse a cabo de manera segura según las condiciones de la reacción de descomposición térmica y el equipo que acompaña al reactor de descomposición térmica, puesto que la transferencia al reactor de descomposición térmica se lleva a cabo normalmente después del precalentamiento a la temperatura de reacción. Generalmente, la transferencia se lleva a cabo dentro de un intervalo de -40 a 280°C, y en los casos en que la fluidez y la estabilidad están deterioradas, se lleva a cabo de 0 a 260°C y, preferentemente, de 40 a 260°C. La transferencia puede controlarse dependiendo de la aplicación de la composición, el tiempo de transferencia y la facilidad de manipulación de la composición como se ha descrito anteriormente. Aunque no hay limitaciones particulares sobre la presión durante la transferencia, el almacenamiento puede llevarse a cabo en condiciones de presión reducida a condiciones de presión aumentada. Cuando se almacena a presión reducida, puesto que la composición hidroxilada aromática se puede separar por destilación, se controla la relación entre el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y la composición hidroxilada aromática en la composición para que esté dentro del intervalo descrito anteriormente. No existen limitaciones particulares a los recipientes de almacenamiento, líneas y similares durante el almacenamiento y la transferencia. Un recipiente se selecciona según los reglamentos de

manipulación aplicables en consideración a la manipulación de una sustancia orgánica inflamable, prestando atención al punto de inflamación de la composición que se está manipulando. Tampoco hay limitaciones particulares sobre el material y se puede utilizar un material conocido. Entre los ejemplos de materiales se pueden incluir vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales de base revestidos de vidrio y materiales recubiertos de teflón (marca registrada). Por casualidad se puede proporcionar equipo conocido según sea necesario, como equipo para el almacenamiento y transferencia de la composición, tales como, bombas, equipo o instrumentación de control de la temperatura.

La composición para la transferencia y el almacenamiento de los ésteres de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido indicados anteriormente puede prepararse mezclando un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, una composición hidroxilada aromática, un compuesto que contiene N y un éster del ácido carbónico para su formulación en los intervalos descritos previamente y se obtiene en la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido. La composición también puede prepararse añadiendo y/o eliminando la composición hidroxilada aromática, el compuesto que contiene N y el éster del ácido carbónico, de modo que se formulen en los intervalos descritos previamente utilizando una composición que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido como base. El procedimiento para producir el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se puede llevar a cabo, preferentemente, de la manera indicada a continuación. Huelga decir que también se puede utilizar como tal una composición que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, que se obtiene en la producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. El procedimiento para producir el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se puede llevar a cabo, preferentemente, según un procedimiento indicado a continuación en el presente documento.

<Reacción de amina Orgánica, derivado del ácido carbónico y composición hidroxilada>

A continuación se da a conocer una explicación de un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido a partir de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada.

El procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización puede dividirse, generalmente, en los dos procedimientos siguientes:

(1) un procedimiento en el que se lleva a cabo una etapa (A), que comprende la producción de éster de -O-(Ar y/o R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar "simultáneamente" la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada, y

(2) un procedimiento que separa las etapas de producción de un éster de -O-(Ar y/o R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido de la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada, en la que se produce un compuesto que tiene un grupo ureido haciendo reaccionar la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico en una etapa (a), y un éster de -O-(Ar y/o R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido se produce haciendo reaccionar el compuesto que tiene un grupo ureido y la composición hidroxilada en una etapa (b) posterior.

En el procedimiento de producción de la presente realización, los procedimientos (1) y (2) también se pueden combinar. El éster de -O-(Ar y/o R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido mencionado anteriormente se refiere a un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y/o un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido.

La figura 1 muestra un dibujo conceptual que representa un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido según la etapa (A) en (1), mientras que la figura 2 muestra un dibujo conceptual que representa un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido compuesto por la etapa (a) y la etapa (b) en (2).

<Etapa (A)>

En primer lugar se da a conocer una descripción del procedimiento de (1) (Etapa (A)).

A diferencia de "simultáneamente" en el procedimiento (1) que hace referencia a las etapas para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido que están divididas en dos etapas en el procedimiento de (2), estas etapas no se dividen en el procedimiento de (1), y no se refiere necesariamente a la reacción de la amina orgánica, del derivado del ácido carbónico y de la composición hidroxilada exactamente al mismo tiempo.

La etapa (A) es una etapa en la que la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada se hacen reaccionar utilizando un reactor de producción de uretano equipado con un condensador, la composición hidroxilada, un compuesto que tiene un grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico, y un gas que contiene amoníaco producido como subproducto en la reacción se introducen en el condensador proporcionado en el reactor de producción de uretano y se produce un éster del ácido carbámico N-sustituido en el que la composición hidroxilada y el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico se condensan. Un reactor de producción de uretano como se indica en el presente documento indica un reactor en el que se lleva a cabo la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido.

Aunque las condiciones de reacción para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada varían según los compuestos que se hacen reaccionar, la cantidad de la composición hidroxilada está dentro de un intervalo de una relación estequiométrica de 1 A 500 veces los grupos amino de la amina orgánica utilizada. Aunque es preferente utilizar un gran exceso de la composición hidroxilada puesto que los compuestos de carbonilo complejamente sustituidos y similares se forman fácilmente si la cantidad de la composición hidroxilada utilizada es excesivamente baja, teniendo en cuenta el tamaño del reactor, está, preferentemente, dentro de un intervalo de 1 a 200 veces, más preferentemente dentro de un intervalo de 1,5 a 100 veces, e incluso más preferentemente dentro de un intervalo de 2 a 50 veces.

La cantidad del derivado del ácido carbónico está dentro de un intervalo de una relación estequiométrica de 1 a 10 veces los grupos amino de la amina orgánica utilizada. Aunque es preferente utilizar un exceso de derivado del ácido carbónico puesto que también se forman fácilmente compuestos de carbonilo complejamente sustituidos y similares si la cantidad de derivado del ácido carbónico utilizada es baja, si se utiliza una cantidad demasiado excesiva de derivado del ácido carbónico, al contrario, se pueden formar fácilmente compuestos de carbonilo complejamente sustituidos o el derivado del ácido carbónico que no ha reaccionado puede permanecer, lo que da como resultado la necesidad de un esfuerzo excesivo para separar y recuperar el derivado del ácido carbónico (que se describirá más adelante). Por consiguiente, la cantidad de derivado del ácido carbónico está, preferentemente dentro de un intervalo de 1,1 a 10 veces y, más preferentemente, dentro de un intervalo de 1,5 a 5 veces.

Aunque variando según las reactividades de la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada utilizada, la temperatura de reacción está, preferentemente, dentro de un intervalo de 100 a 350°C. Si la temperatura es inferior a 100°C, la reacción se ralentiza o la reacción apenas se produce en absoluto debido a la fuerte unión del amoníaco subproducto y la composición hidroxilada, o los compuestos de carbonilo complejamente sustituidos aumentan, lo que lo convierte en indeseable. Por otra parte, a temperaturas superiores a 350°C, el derivado del ácido carbónico se descompone, la composición hidroxilada se desnaturaliza mediante deshidrogenación o se produce un aumento de la susceptibilidad a la aparición de descomposición o desnaturalización del producto en forma de éster del ácido carbámico N-sustituido, haciendo esto indeseable. Desde dichos puntos de vista, la temperatura de reacción está, más preferentemente, dentro de un intervalo de 120 a 320°C e, incluso más preferentemente, dentro de un intervalo de 140 a 300°C.

Aunque la presión de reacción varía según la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el procedimiento utilizado para eliminar el amoníaco, el aparato de reacción y similares y la reacción puede llevarse a cabo a presión reducida, presión normal o presión aumentada, generalmente se lleva a cabo, preferentemente, dentro de un intervalo de 0,01 kPa a 10 MPa (presión absoluta). En consideración de la facilidad de aplicación industrial, la reacción se lleva a cabo, preferentemente, a presión reducida o a presión normal, y la presión de reacción está, preferentemente, dentro del intervalo de 0,1 kPa a 1,5 MPa (presión absoluta).

En la etapa (A), la reacción que forma éster del ácido carbámico N-sustituido se lleva a cabo, principalmente, con frecuencia en la fase líquida. Por tanto, la composición hidroxilada está presente, preferentemente, en forma de un componente de fase líquida en las condiciones de reacción. Por otra parte, como se describirá más adelante, ya que la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico (que se describirá en detalle más adelante en el presente documento) se introducen en el condensador en forma de un componente de fase gaseosa y se condensan en el condensador, la composición hidroxilada está presente, preferentemente, como un componente de la fase gaseosa en las condiciones de reacción. Por lo tanto, las condiciones de reacción se establecen de tal manera que una parte de la composición hidroxilada está presente en una forma de un componente de fase líquida, mientras que una parte está también presente en una forma de un componente de fase gaseosa. En el caso de utilizar una composición hidroxilada compuesta por una pluralidad de compuestos hidroxilados, las condiciones de reacción se establecen de tal manera que, como mínimo, un tipo de los compuestos hidroxilados está presente como un componente de fase líquida. Dado que dichas condiciones de reacción (temperatura y presión de la reacción) están íntimamente relacionados con las propiedades de la composición hidroxilada utilizada y, en particular, con la correlación entre la temperatura y la presión de vapor, las propiedades de la composición hidroxilada utilizada (correlación entre la temperatura y la presión de vapor) se miden o investigado y se utilizan como indicador para la determinación de las condiciones de reacción. Curiosamente, es una cuestión de sentido común entre los expertos en la materia que la correlación entre las propiedades de la temperatura y la presión de vapor son muy diferentes dependiendo de la pureza de la sustancia y los tipos y las cantidades de otros compuestos presentes, y cuando se establecen las condiciones de reacción también, es obvio que no solo las propiedades de la composición hidroxilada (correlación entre la temperatura y presión de vapor), sino que también se deben tener en cuenta los tipos y las cantidades de otros compuestos presentes.

Como resultado de estudios exhaustivos realizados por los inventores de la presente invención, se descubrió que la reacción que forma éster del ácido carbámico N-sustituido a partir de la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y el compuesto hidroxilado era una reacción en equilibrio que está desplazada considerablemente hacia el lado de los reactivos. Por lo tanto, con el fin de aumentar el rendimiento de éster del ácido carbámico N-sustituido, es necesario llevar a cabo la reacción mientras se elimina del sistema la mayor cantidad de amoníaco subproducto posible. El amoníaco se elimina de modo que la concentración de amoníaco en el líquido de reacción es,

preferentemente, de 1.000 ppm o menos, más preferentemente de 300 ppm o menos, incluso más preferentemente de 100 ppm o menos y, de la forma más preferente de 10 ppm o menos. El amoníaco se puede eliminar mediante procedimientos tales como, destilación reactiva, la utilización de un gas inerte, la separación de membrana y la separación por adsorción. Por ejemplo, la destilación reactiva se refiere a un procedimiento para separar el amoníaco formado continuamente durante la reacción mediante destilación en forma de un gas. Esto puede llevarse a cabo durante la ebullición de un disolvente o la composición hidroxilada con el fin de aumentar la eficiencia de la destilación del amoníaco. Además, un procedimiento que utiliza un gas inerte se refiere a un procedimiento para separar el amoníaco formado continuamente durante la reacción del sistema de reacción en forma de un gas junto con el gas inerte. Los ejemplos de gases inertes utilizados incluyen nitrógeno, helio, argón, dióxido de carbono, metano, etano y propano, éstos se pueden utilizar solos o como una mezcla, y es preferente un procedimiento en el que se introduce el gas inerte en el sistema de reacción. Entre los ejemplos de adsorbentes utilizados en los procedimientos utilizando separación por adsorción se pueden incluir adsorbentes capaces de utilizarse en las condiciones de temperatura en las que se lleva a cabo la reacción, tal como, sílice, alúmina, diversos tipos de zeolita o tierra de diatomeas. Estos procedimientos para la eliminación de amoníaco fuera del sistema pueden llevarse a cabo solos o se puede realizar una pluralidad de tipos en combinación.

Se puede utilizar un catalizador en la reacción con el fin de aumentar la velocidad de reacción, por ejemplo. Entre los ejemplos de catalizadores que se utilizan preferentemente se pueden incluir catalizadores básicos, tales como, metilatos, etilatos o butiratos de litio, sodio, potasio, calcio o bario, elementos de tierras raras, antimonio o bismuto solos u óxidos, sulfuros y sales de los mismos, compuestos de boro o boro solo, metales de la familia del cobre, la familia del cinc, la familia del aluminio, la familia del carbono y la familia del titanio en la tabla periódica, así como óxidos metálicos y sulfuros de los mismos, y carburos y nitruros de elementos de la familia del carbono excluyendo carbono, la familia del titanio, la familia del vanadio y la familia del cromo en la tabla periódica. Aunque no hay limitaciones particulares sobre la cantidad de catalizador utilizado en el caso de utilizar un catalizador, se puede utilizar un catalizador dentro de un intervalo de una relación estequiométrica de 0,0001 a 100 veces los grupos amino del compuesto de amina. Puesto que hay muchos casos en los que es necesario eliminar el catalizador, si se añade un catalizador, la reacción se lleva a cabo, preferentemente, sin la adición de un catalizador. En el caso de utilizar un catalizador, el catalizador puede eliminarse después de la reacción. Puesto que hay casos en los que un catalizador puede tener un efecto perjudicial sobre los compuestos formados durante las etapas de la presente realización, el catalizador se separa o elimina, preferentemente, durante el curso de la obtención de isocianato mediante descomposición térmica del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y la purificación del isocianato. Si el isocianato se almacena junto con el catalizador, hay casos en los que pueden producirse fenómenos indeseables, tales como, decoloración. Se puede utilizar un procedimiento conocido para eliminar el catalizador y se pueden utilizar procedimientos, tales como, separación por membrana, separación por destilación y cristalización. El catalizador se elimina, preferentemente, por las razones descritas anteriormente, sin limitaciones a la etapa (A). Más preferentemente, el catalizador se elimina al final de cada etapa en la que se utiliza. Preferentemente, se pueden utilizar procedimientos conocidos como los descritos anteriormente para eliminar el catalizador.

Aunque varía según la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el procedimiento utilizado para eliminar el amoníaco, el aparato de reacción, la presión de reacción y similares, el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de una reacción continua) es, generalmente, de 0,01 a 100 horas. tiempo de reacción también se puede determinar según la cantidad de formación del compuesto diana en forma de éster del ácido carbámico N-sustituido. Por ejemplo, la reacción puede detenerse después de haber obtenido muestras del líquido de reacción, determinado el contenido del éster del ácido carbámico N-sustituido en el líquido de reacción y confirmado que el éster del ácido carbámico N-sustituido se ha formado con un rendimiento del 10% o más basado en la amina orgánica utilizada, o la reacción se puede detener después de haber confirmado que el rendimiento es del 90% o más. En el caso de utilizar una composición hidroxilada aromática para la composición hidroxilada, el líquido de reacción que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido obtenido por el procedimiento de producción puede utilizarse como tal como, transferencia y almacenamiento de la composición para el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, tal como, se ha descrito anteriormente, o puede utilizarse mediante la preparación mediante la adición y/o extracción de la composición hidroxilada aromática, el compuesto que contiene N y el éster del ácido carbónico, y aunque la composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se puede utilizar, preferentemente, para producir isocianato, si el contenido del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en el que el tiempo es bajo (el rendimiento es bajo), se produce una disminución en el rendimiento de isocianato. En el caso de utilizar un alcohol para la composición hidroxilada, aunque el éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido se obtiene en la reacción de la etapa (A), el éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido también se utiliza para producir isocianato después de haberse convertido en un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante diversas etapas que se describirán más adelante. Por lo tanto, también se produce una disminución del rendimiento de isocianato en el caso de un rendimiento bajo de éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido.

Desde los puntos de vista anteriores, el rendimiento es, preferentemente, el 50% o más, más preferentemente el 80% o más y, aún más preferentemente, el 90% o más.

Aunque la utilización de un disolvente de reacción no se requiere necesariamente en la reacción, preferentemente se utiliza un disolvente adecuado como disolvente de reacción con el fin de facilitar el procedimiento de reacción,

ejemplos de los cuales pueden incluir alcanos, tales como, pentano, hexano, heptano, octano, nonano o decano; hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos aromáticos sustituidos con alquilo, tales como, benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno o naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como, acetonitrilo o benzonitrilo; compuestos aromáticos sustituidos con un grupo halógeno o nitro, tales como, clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno o nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como, difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno o dibenciltolueno; hidrocarburos alifáticos, tales como, ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; cetonas, tales como, metiletilcetona o acetofenona; ésteres tales como, ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo o ftalato de bencilbutilo; éteres y tioéteres, tales como, tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, éter de difenilo o sulfuro de difenilo; compuestos de cetona, tales como, acetona o metiletilcetona; compuestos de éster, tales como, acetato de etilo o benzoato de etilo; y sulfóxidos, tales como, dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido. Naturalmente, una composición hidroxilada utilizada en exceso en la reacción también se utiliza preferentemente como disolvente de reacción.

La reacción se lleva a cabo en un sistema que tiene una fase gaseosa que contiene una composición hidroxilada, un compuesto que tiene grupos carbonilo derivados de un derivado del ácido carbónico y amoníaco producido como un subproducto en la reacción, y una fase líquida en la que se lleva a cabo la reacción. Aunque la reacción también puede llevarse a cabo en la fase gaseosa dependiendo de las condiciones de reacción, la mayor parte de la reacción se lleva a cabo en la fase líquida. En ese momento, el contenido volumétrico de la fase líquida en la reacción en la que se lleva a cabo la reacción es, preferentemente, el 50% o menos. En el caso de llevar a cabo la reacción continuamente durante un largo periodo de tiempo, aunque pueden formarse subproductos poliméricos debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento (tales como, temperatura o la presión) y similares, si el contenido volumétrico de la fase líquida en el reactor es alto, se puede evitar la adhesión y acumulación de dichos subproductos poliméricos en el reactor. Sin embargo, dado que la eficiencia de la eliminación del subproducto amoníaco puede llegar a ser mala y el rendimiento del éster del ácido carbámico N-sustituido puede disminuir si el contenido volumétrico de la fase líquida es excesivamente alto, el contenido volumétrico de la fase líquida basado en la fase gaseosa es, preferentemente, el 50% o menos, más preferentemente el 30% o menos e, incluso más preferentemente, el 20% o menos (el contenido volumétrico de la fase líquida se refiere a la relación volumétrica de la fase líquida basada en el volumen del tanque de reacción en el caso de un reactor de tipo tanque, el volumen de la etapa inferior a la etapa de alimentación (sin incluir la parte inferior del tanque y el rehervidor) en el caso de un reactor de tipo columna, o el volumen del destilador de película fina en el caso de un destilador de película fina).

No hay limitaciones particulares en el reactor utilizado cuando se lleva a cabo la reacción (a saber, un reactor de producción de uretano), siempre que esté equipado con un condensador, y aunque puede utilizarse un reactor conocido, preferentemente se puede utilizar un reactor de tipo tanque y/o un reactor de tipo columna equipado con un condensador.

Como se ha descrito anteriormente, la reacción se lleva a cabo, preferentemente, en un sistema que tiene una fase gaseosa que contiene una composición hidroxilada, un compuesto que tiene grupos carbonilo derivados de un derivado del ácido carbónico y amoníaco producido como subproducto en la reacción y una fase líquida, en la que la reacción se lleva a cabo en condiciones tales que el contenido volumétrico de la fase líquida en el reactor sea igual o inferior al 50% y se selecciona un reactor que satisfaga estas condiciones para el reactor en el que se lleva a cabo la reacción.

Más específicamente, los reactores convencionalmente conocidos pueden combinarse y utilizarse adecuadamente, ejemplos de los cuales pueden incluir un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación a presión reducida, un reactor de tipo columna, una columna de destilación, una columna de relleno o un destilador de película fina.

No hay limitaciones particulares sobre el tipo de condensador proporcionado en el reactor y se puede utilizar un condensador conocido. Por ejemplo, pueden combinarse y utilizarse adecuadamente condensadores conocidos convencionalmente, tales como, condensador cilíndrico multitubular, condensador de doble tubo, condensador de tubo único o condensador enfriado por aire. El condensador se puede proporcionar dentro del reactor o se proporciona fuera del reactor o puede estar conectado con el reactor por una línea, y se pueden emplear diversos tipos según las formas del reactor y el condensador, la manera en que se manipula el líquido condensado y similares.

No hay limitaciones particulares sobre los materiales del reactor y el condensador y se pueden utilizar materiales conocidos. Entre los ejemplos de materiales que se pueden utilizar se pueden incluir vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales de base revestidos de vidrio y materiales recubiertos de teflón (marca registrada). Los materiales, tales como, SUS304, SUS316 o SUS316L, son baratos y se pueden utilizar preferentemente. Según sea necesario se pueden añadir aparatos de proceso conocidos, tales como, un caudalímetro, un termómetro y otros instrumentos de medición o un rehervidor, una bomba o un condensador y similares, se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como, vapor o un calentador, para calentar y se puede utilizar un procedimiento conocido como enfriamiento por aire, agua de refrigeración o solución saturada de cloruro sódico para refrigeración. También se pueden añadir etapas si es necesario. Por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos que puedan ser

5 concebidos por un experto o ingeniero con conocimientos ordinarios en la materia, tales como, una etapa de eliminación del amoníaco formado, una etapa de purificación de la amina primaria orgánica, una etapa de disolución de la urea en el compuesto hidroxilado aromático, una etapa de disolución del compuesto hidroxilado aromático, una etapa de separación del alcohol, una etapa de separación y/o purificación del compuesto hidroxilado aromático, una etapa de purificación del compuesto que tiene grupos ureido del líquido de reacción formado o una etapa de incineración o descarte de subproductos y similares.

10 El éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido por la reacción descrita anteriormente es un éster de  $O-R^2$  del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (92) mencionada anteriormente en el caso de que se utilice un alcohol para el compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada. Además, el éster del ácido carbámico N-sustituido resultante es un éster de  $-O-Ar$  del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (-104-) mencionada anteriormente en el caso de que se utilice un compuesto hidroxilado aromático para el compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada.

15 Aunque el procedimiento de producción del éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente invención contiene la reacción de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada utilizando un reactor equipado con un condensador para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido, a continuación se da a conocer una explicación de la manipulación de los componentes gaseosos formados en la reacción que contiene la composición hidroxilada, teniendo el compuesto grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico y el amoníaco producido como un subproducto.

20 En el procedimiento de la presente realización, un gas que contiene la composición hidroxilada, el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico y el amoníaco formado como subproducto en la reacción se introduce en un condensador proporcionado en el reactor, se condensa toda o una parte de la composición hidroxilada y toda o una parte del compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico, el compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensada está en una relación estequiométrica de 1 o más basada en el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del ácido carbónico condensado y la relación del número entre grupos carbonilo ( $-C(=O)-$ ) contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco recuperado del condensador en forma de un gas y el número de moléculas de amoníaco es 1 o menos.

La figura 3 muestra un dibujo conceptual que representa la manipulación del componente gaseoso relativo al procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido en la presente realización.

35 <Condensación de los componentes gaseosos>

40 En la reacción, un gas que contiene la composición hidroxilada, el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico y amoníaco formado como subproducto en la reacción se introduce en el condensador y se condensan la totalidad o una parte de la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico (véase la figura 3). En ese momento, el compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensada está en una relación estequiométrica de 1 o más basada en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico.

45 El "compuesto que contiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico" condensado en el condensador en la presente realización se refiere a compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico utilizado en la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada, e incluyen el derivado del ácido carbónico utilizado como materia prima (sustancia sin reaccionar y/o la parte en exceso en el caso de utilización en exceso basándose en la amina orgánica), los compuestos resultantes de la reacción entre el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada y los compuestos resultantes de la reacción del mismo tipo o de diferentes tipos de derivados del ácido carbónico. Aunque es difícil identificar todos los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados de derivados del ácido carbónico, ejemplos específicos de los mismos pueden incluir la urea y el éster del ácido carbámico utilizados como materias primas, compuestos de urea, tales como, ácido isocianico, urea, biurets (compuestos en el lado derecho de la fórmula (G) mencionada anteriormente), nuratos (compuestos del primer parámetro en el lado derecho de la fórmula (K) mencionada anteriormente) o polímeros de urea (compuestos en el lado derecho de la fórmula (L) mencionada anteriormente) formados como subproductos, ésteres del ácido carbámico en los que el grupo éster es un grupo derivado de la composición hidroxilada y ésteres del ácido carbónico, en los que el grupo éster es un grupo derivado de la composición hidroxilada. Los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico pueden cuantificarse mediante procedimientos en los que los grupos carbonilo contenidos en el compuesto se detectan mediante un procedimiento, tal como, espectroscopia de infrarrojos, espectroscopia en el infrarrojo cercano, espectroscopia de Raman o espectroscopia ultravioleta, o se pueden cuantificar mediante un procedimiento que analiza específicamente compuestos formados, tales como, cromatografía de gases, cromatografía de líquidos o RMN. Estos compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico tienen, frecuentemente, un punto de fusión alto y tienden a precipitar fácilmente. Entre los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico mencionado anteriormente, la urea, en particular, requiere la mayor precaución puesto que se forma en grandes cantidades (detectadas en grandes cantidades) y tiene un punto

de fusión de 135°C.

Como resultado de hacer que la relación estequiométrica del compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensada sea 1 o más, basada en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en el procedimiento de condensación, se puede obtener una mezcla de los mismos en forma de una mezcla líquida homogénea en el condensador. Por lo tanto, esto no sólo facilita la manipulación de la mezcla, sino que también es posible evitar la aparición de problemas, tales como, la adhesión y acumulación de componentes sólidos en el condensador. Además, como se describirá más adelante, esto también es eficaz para reducir la cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco recuperado desde el condensador a igual o menos que una cantidad específica. La cantidad del compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensada basada en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en términos de la relación estequiométrica es, más preferentemente, 2 o más y, aún más preferentemente, 3 o más. Con el fin de asegurar que la cantidad del compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensada basada en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico está dentro de los intervalos anteriores, el condensador se mantiene, preferentemente, a una temperatura, como mínimo, 90°C más baja que el punto de ebullición estándar de la composición hidroxilada en la que la composición hidroxilada no se solidifica.

<Contenido del compuesto carbonilo en el amoníaco>

Aunque el amoníaco se recupera del condensador en forma de un gas, el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco está presente en una cantidad igual o inferior a una cantidad específica. Más específicamente, la relación entre el número de grupos carbonilo (-C(=O)-) contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco y el número de moléculas de amoníaco es 1 o menos, preferentemente 0,5 o menos, más preferentemente 0,1 o menos y aún más preferentemente 0,02 o menos. La razón de la especificación de un intervalo específico para la cantidad del compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco es evitar la adhesión y la acumulación de componentes sólidos en una línea para la transferencia del amoníaco desde el condensador.

Aunque todos los componentes sólidos que se adhieren y se acumulan en la línea para transferir el amoníaco no se pueden identificar, como resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, se determinó que la mayoría eran compuestos que tienen grupos carbonilo. Aunque un posible procedimiento para evitar la adhesión y la acumulación de dichos componentes sólidos contiene el calentamiento de la línea para transferir el amoníaco para descomponer los compuestos que tienen grupos carbonilo, según los estudios realizados por los inventores de la presente invención, hay muchos casos en los que el calentamiento por sí solo causa la polimerización de los productos de descomposición (tales como, ácido isocianico) o la reacción con otros compuestos que tienen grupos carbonilo, lo que hace difícil evitar por completo la adherencia y la acumulación de componentes sólidos. Además, en el caso de simple calentamiento de la línea, se determinó que los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco y sus productos de descomposición se solidifican como resultado de su enfriamiento rápido a la salida de la línea para transferir amoníaco (tal como, la parte en contacto con la atmósfera), con lo que, con frecuencia, se produce una adhesión y acumulación importantes de los componentes sólidos. Como resultado de llevar a cabo estudios exhaustivos con respecto a este problema, los inventores de la presente invención descubrieron que el problema de la adherencia y la acumulación de componentes sólidos puede resolverse haciendo que la cantidad del compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco sea igual o menor que la cantidad específica descrita anteriormente, lo que conduce a la realización de la presente invención. Aunque el mecanismo por el que se demuestra este efecto no está claro, los inventores de la presente invención supusieron que la adherencia y la acumulación en la línea están causadas por el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en sí, así como productos de descomposición y/o productos de polimerización del compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico, y que al hacer que la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico sea igual o menor que una concentración específica, la adhesión del compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en sí, así como las velocidades de reacción de la descomposición y/o la polimerización de dicho compuesto, se reducen considerablemente.

El "compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico" se refiere a compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico utilizado en la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada, e incluyen el propio derivado del ácido carbónico utilizado como materia prima (sustancia sin reaccionar y/o la parte en exceso en el caso de utilización en exceso basándose en la amina orgánica), los compuestos resultantes de la reacción entre el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada y los compuestos resultantes de la reacción del mismo tipo o de diferentes tipos de derivados del ácido carbónico. Aunque es difícil identificar todos los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico, ejemplos específicos de los mismos pueden incluir la urea y el éster del ácido carbónico utilizados como materias primas, compuestos de urea, tales como, ácido isocianico, urea, biurets (compuestos en el lado derecho de la fórmula (G) mencionada anteriormente), nurato (compuestos del primer



parámetro en el lado derecho de la fórmula (K) mencionada anteriormente) o polímeros de urea (compuestos en el lado derecho de la fórmula (L) mencionada anteriormente) formados como subproductos, ésteres del ácido carbámico en los que el grupo éster es un grupo derivado de la composición hidroxilada y ésteres del ácido carbónico, en los que el grupo éster es un grupo derivado de la composición hidroxilada. Aunque varía según las condiciones para la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido, se requiere precaución con respecto a la urea, al ácido isociánico, al éster del ácido carbámico y al éster del ácido carbónico entre los compuestos mencionados anteriormente, ya que se encuentran con frecuencia en el amoníaco y están presentes en grandes cantidades. Según estudios realizados por los inventores de la presente invención, si las cantidades de estos compuestos en el amoníaco se controlan para estar dentro de los intervalos preferentes descritos anteriormente, generalmente se puede controlar el problema de la adherencia y la acumulación de componentes sólidos en la línea de transferencia de amoníaco.

Los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en el amoníaco se pueden cuantificar por diversos procedimientos conocidos y se pueden utilizar procedimientos, tales como, cromatografía de gases, cromatografía de líquidos, RMN, espectroscopia en el infrarrojo cercano o espectroscopia ultravioleta. Más específicamente, estos compuestos se pueden medir mediante, por ejemplo, introducción del amoníaco en forma de gas directamente en un cromatógrafo de gases (tal como, mediante la conexión de la línea para la transferencia de amoníaco directamente a un cromatógrafo de gases y la inyección de amoníaco atrapado en una bolsa o recipiente para atrapar gas, tal como, una bolsa Tedlar en el cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases), o mediante la absorción de compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco con agua o un disolvente orgánico y similares, seguido de la medición por cromatografía de gases, cromatografía de líquidos, RMN, espectroscopia en el infrarrojo (cercano) o espectroscopia ultravioleta. Entre estos procedimientos, se realiza, preferentemente, un procedimiento en el que el amoníaco se introduce directamente en la forma de un gas en un cromatógrafo de gases equipado con un analizador de masas para identificar compuestos que tienen grupos carbonilo, y la suma total de los productos de las cantidades de compuestos que tienen grupos carbonilo y el número entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo se toma como la cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco.

Puesto que los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en cantidades por debajo del límite de detección de los procedimientos indicados en el presente documento están presentes en concentraciones extremadamente bajas en el amoníaco, apenas hay casos en los que haya un efecto sobre la adherencia y acumulación de componentes sólidos en la línea de transferencia de amoníaco, lo que permite que no sean incluidos en la "cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico" y se ignoren.

<Reutilización de componentes condensados>

La mezcla de la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico condensado por el condensador como se ha descrito anteriormente se puede hacer circular dentro del reactor y reutilizar en la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada, la mezcla puede recuperarse y la composición hidroxilada y/o el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico pueden reutilizarse en la reacción entre la amina orgánica, el ácido carbónico y la composición hidroxilada, o la mezcla puede reutilizarse en la etapa de producción de un éster del ácido carbámico no N-sustituido (en referencia a la etapa (c), que se describirá más adelante, siendo la etapa (c) una etapa que se lleva a cabo, preferentemente, en forma de una etapa de producción de un éster del ácido carbámico no N-sustituido en el caso de la utilización de un éster del ácido carbámico no N-sustituido para el derivado del ácido carbónico).

La figura 4 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de reutilización de los componentes condensados. Cuando se reutilizan los componentes condensados, la cantidad de amoníaco contenida en la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico es, preferentemente, de 5.000 ppm o menos. Aunque los componentes condensados pueden reutilizarse en la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada, incluso si el amoníaco está contenido en más de 5.000 ppm, ya que la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada es una reacción en equilibrio como se ha descrito anteriormente, para que la reacción tenga lugar de manera eficiente, es necesario eliminar un producto de la misma en forma del amoníaco fuera del sistema. Si una cantidad demasiado excesiva de amoníaco está contenida en la composición hidroxilada reutilizada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico, la cantidad de amoníaco extraída de la reacción aumenta, impidiendo de este modo que la concentración de amoníaco en el líquido de reacción disminuya al intervalo preferente (intervalo descrito anteriormente) como resultado de superar la cantidad de amoníaco que se puede extraer por unidad de tiempo (que depende de la capacidad del reactor para producir uretano, condiciones de reacción y similares) y produce una disminución en el rendimiento de éster del ácido carbámico N-sustituido. Por lo tanto, aunque es preferente que la cantidad de amoníaco contenida en la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico que se reutiliza en la reacción sea baja, la reducción de la cantidad de amoníaco a un nivel extremadamente bajo

requiere un esfuerzo considerable. Desde este punto de vista, la cantidad de amoníaco contenida en la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico es, más preferentemente, 3.000 ppm o menos y, aún más preferentemente, 2.000 ppm o menos.

5 Como se ha descrito anteriormente, aunque diversos compuestos se pueden recuperar como compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico, la mezcla de la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico se puede utilizar para la reutilización de los componentes condensados, incluso si contiene estos compuestos.

10 <Procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido utilizando una composición hidroxilada aromática que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos>

A continuación se da a conocer una explicación de un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición hidroxilada aromática que contiene un compuesto hidroxilado aromático activo y un compuesto hidroxilado inactivo para la composición hidroxilada.

Como se ha descrito anteriormente, en el procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización, un gas que contiene la composición hidroxilada aromática y un compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico se condensa con el fin de recuperar el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en forma de una solución homogénea. En consecuencia, la composición hidroxilada aromática contiene, preferentemente, un compuesto hidroxilado aromático que se vaporiza fácilmente a un cierto grado en las condiciones de reacción. Por otra parte, dado que la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada aromática reaccionan, principalmente, en la fase líquida para formar un éster del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática contiene, preferentemente, un compuesto hidroxilado aromático que está presente como un líquido en las condiciones de reacción. Por lo tanto, una composición hidroxilada aromática que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos que tienen diferentes puntos de ebullición estándar se puede utilizar, preferentemente, para la composición hidroxilada aromática.

En este caso, hay muchos casos en los que, cuando cualquiera de la pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos que tienen diferentes puntos de ebullición estándar forma el éster del ácido carbámico N-sustituido mediante la reacción con la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico, una pluralidad de tipos de los compuestos hidroxilados aromáticos se forma junto con isocianato durante la producción de isocianato mediante descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido, con lo que se produce la separación del complejo de compuestos hidroxilados aromáticos. Por lo tanto, un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido derivado de un compuesto hidroxilado aromático activo con una selectividad elevada se realiza, preferentemente, mediante la utilización de una combinación de un compuesto hidroxilado aromático activo y un compuesto hidroxilado aromático inactivo. Por otra parte, si los compuestos hidroxilados aromáticos se seleccionan de tal manera que el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático activo sea el más alto en la composición hidroxilada aromática, la concentración del compuesto hidroxilado aromático activo aumenta en la fase líquida en la que la reacción de formación del éster del ácido carbámico N-sustituido tiene lugar, principalmente, haciendo por ello posible formar un éster derivado del ácido carbámico derivado del compuesto hidroxilado aromático activo con mayor selectividad. Un compuesto hidroxilado aromático inactivo que tiene un punto de ebullición estándar más bajo que el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático activo se introduce, preferentemente, en el condensador en forma de un componente de fase gaseosa y se condensa en el condensador junto con el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico. En el caso de la combinación de compuestos hidroxilados aromáticos que tienen diferentes puntos de ebullición estándar de esta manera, la diferencia de los puntos de ebullición estándar entre el compuesto hidroxilado aromático presente principalmente en la fase líquida y el compuesto hidroxilado aromático condensado en el condensador junto con el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico es, preferentemente, 5°C o más y, más preferentemente, 10°C o más. En particular, es eficaz para combinar compuestos hidroxilados aromáticos de tal manera que el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático activo sea, preferentemente, 5°C o más alto y, más preferentemente, 10°C o más alto que el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático de actividad baja.

La figura 5 muestra un dibujo conceptual de un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición hidroxilada aromática compuesta por una pluralidad de tipos de los compuestos hidroxilados aromáticos como se ha descrito anteriormente (en este caso, en aras de la simplicidad de la explicación, una composición hidroxilada aromática se describe como que contiene dos tipos de compuestos hidroxilados aromáticos que comprenden un compuesto hidroxilado aromático activo y un compuesto hidroxilado aromático inactivo).

En el caso de utilizar una composición hidroxilada aromática que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos de esta manera, la cantidad del compuesto hidroxilado aromático activo con respecto a la cantidad del compuesto hidroxilado aromático inactivo en la composición hidroxilada aromática en términos de la relación estequiométrica es, preferentemente, de 0,01 a 100 veces, más preferentemente de 0,05 a 20 veces y, aún

más preferentemente, de 0,1 a 10 veces.

<Procedimiento de producción de uretano utilizando un compuesto que tiene grupos ureido>

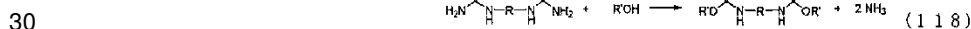
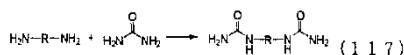
5 Como se ha descrito anteriormente, el procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización puede dividirse, generalmente, en los dos procedimientos siguientes:

(1) un procedimiento en el que el éster del ácido carbámico N-sustituido se produce haciendo reaccionar "simultáneamente" la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada, y

10 (2) un procedimiento que separa las etapas para la producción de un éster carbámico N-sustituido mediante la reacción de la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada en la que un compuesto que tiene grupos ureido se produce mediante la reacción de la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico en la primera etapa (etapa (a)), y se produce un éster del ácido carbámico N-sustituido mediante la reacción del compuesto que tiene grupos ureido y un compuesto hidroxilado en una segunda etapa posterior (etapa (b)). A continuación se da a conocer una descripción del procedimiento de (2).

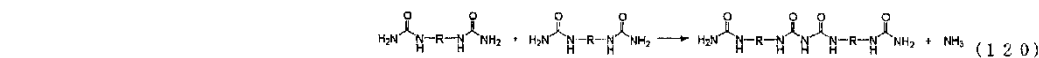
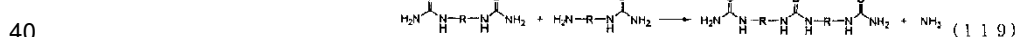
Los inventores de la presente invención creen que la reacción en la que se forma el éster del ácido carbámico N-sustituido en la etapa (A) se lleva a cabo en forma de una combinación de las diversas reacciones que se indican a continuación. Además, en la siguiente explicación, en aras de la simplicidad, una amina orgánica que tiene dos grupos amino se utiliza para la amina orgánica. Naturalmente, la explicación se aplica de manera similar a los casos que utilizan aminas orgánicas distintas de lo indicado en el presente documento.

La reacción se compone de una reacción en la que se forma un compuesto que tiene grupos ureido a partir de la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico (por ejemplo, la fórmula (117) más adelante) y una reacción en la que el éster del ácido carbámico N-sustituido se forma a partir del compuesto que tiene grupos ureido y el compuesto hidroxilado (por ejemplo, la fórmula (118) a continuación):



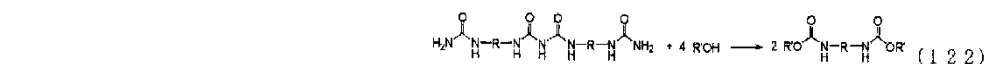
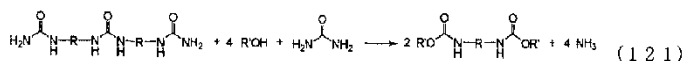
(en las que, R. respectiva e independientemente, representa un grupo orgánico sustituido con dos sustituyentes).

35 En la reacción que se forma un compuesto que tiene grupos ureido de fórmula (117) anterior, una reacción en la que se forma un compuesto que tiene un grupo ureileno a partir de un compuesto que tiene grupos ureido y una amina orgánica representada por la fórmula (119) siguiente, o una reacción en la que un compuesto que tiene un grupo biuret se forma por condensación de un compuesto que tiene grupos ureido representados por la fórmula (120) siguiente, por ejemplo, también pueden producirse reacciones secundarias:



(en las que, R. respectiva e independientemente, representa un grupo orgánico sustituido con dos sustituyentes).

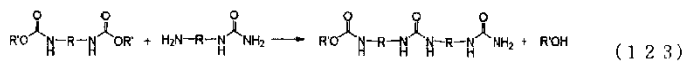
El compuesto que tiene un grupo ureileno reacciona con derivado del ácido carbónico y el compuesto hidroxilado para formar un éster del ácido carbámico N-sustituido como se muestra en la fórmula (121) siguiente, mientras que, por ejemplo, se supone que el compuesto que tiene un grupo biuret y un compuesto hidroxilado reaccionan con un compuesto hidroxilado para formar un éster del ácido carbámico N-sustituido como en la fórmula (122) siguiente:



(en las que, R. respectiva e independientemente, representa un grupo orgánico sustituido con dos sustituyentes, y R'OH representa un compuesto hidroxilado monovalente).

Además, las fórmulas anteriores muestran el ejemplo del caso en el que la amina orgánica es una amina orgánica que tiene dos grupos amino y el derivado del ácido carbónico es urea.

De esta manera, en el procedimiento de (1) anterior se produce éster del ácido carbámico N-sustituido pasando por diversos intermedios. En particular, se determinó que las velocidades de formación de éster del ácido carbámico N-sustituido según las reacciones de las fórmulas (121) y (122) anteriores eran más lentas que la velocidad de formación de éster del ácido carbámico N-sustituido según la reacción de fórmula (118) anterior. Es decir, esto significa que, cuando se intenta obtener un éster del ácido carbámico N-sustituido con un rendimiento igual o superior a un cierto nivel, el tiempo de reacción se hace más largo debido a las reacciones lentas de las fórmulas (121) y (122) anteriores, y si el tiempo de reacción se hace más largo, hubo casos en los que el éster del ácido carbámico N-sustituido formado primero se mantiene durante mucho tiempo en condiciones de temperatura de reacción, causando de este modo una reacción de desnaturalización del éster del ácido carbámico N-sustituido y una disminución del rendimiento del ácido carbámico N-sustituido. Además, en el caso de terminar la reacción en un corto período de tiempo para evitar la desnaturalización del éster del ácido carbámico N-sustituido, quedaban grandes cantidades del compuesto que tiene un grupo ureileno (compuesto en el lado derecho de la fórmula (119), por ejemplo) y el compuesto que tiene un grupo biuret (compuesto en el lado derecho de la fórmula (120), por ejemplo) formados como intermediarios, lo que frecuentemente causó una disminución del rendimiento del éster del ácido carbámico N-sustituido. Además, hubo casos en los que el éster del ácido carbámico N-sustituido formado por la reacción comparativamente rápida de la fórmula (118) anterior reaccionó con los grupos amina terminales (-NH<sub>2</sub>) de la amina orgánica sin reaccionar, lo que da como resultado la formación de un compuesto que tiene un grupo ureileno (según la reacción de la fórmula (123) a continuación, por ejemplo):



111

(en la que,

R. respectiva e independientemente, representa un grupo orgánico sustituido con dos sustituyentes, y R'OH representa un compuesto hidroxilado).

De esta manera, un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar "simultáneamente" la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada puede no permitir la obtención de un éster del ácido carbámico N-sustituido con un rendimiento adecuado dependiendo de las condiciones de reacción y los compuestos utilizados en la reacción.

Como resultado de los exhaustivos estudios llevados a cabo por los inventores de la presente invención, se descubrió que este problema se resolvía mediante el procedimiento de (2) anterior, a saber, dividiendo la etapa de producir un éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y el compuesto hidroxilado, produciendo un compuesto que tiene grupos ureido haciendo reaccionar la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico en una primera etapa (etapa (a)), y produciendo un éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar el compuesto que tiene grupos ureido y el compuesto hidroxilado en una segunda etapa posterior (etapa (b)). Este procedimiento puede utilizarse para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido inhibiendo reacciones secundarias de la manera de las fórmulas (119) y (120) anteriores y provocando selectivamente la aparición de la reacción de fórmula (117) anterior mientras se inhibe una reacción (reacción de fórmula (118) anterior) que forma un éster del ácido carbámico N-sustituido mediante una reacción entre el compuesto que tiene grupos ureido según la fórmula (117) anterior y el compuesto hidroxilado para evitar un estado en el que el éster del ácido carbámico N-sustituido y la amina orgánica sin reaccionar están presentes en la primera etapa (etapa (a)), y provocando después la aparición de la reacción entre el compuesto que tiene grupos ureido y el compuesto hidroxilado (reacción de fórmula (118) anterior) en la segunda etapa posterior (etapa (b)). Según este procedimiento, se puede resolver el problema con el procedimiento de (1) anterior.

Aunque, naturalmente, la etapa (a) es importante en este procedimiento, en esta etapa (a), los inventores de la presente invención descubrieron, sorprendentemente, que el compuesto que tiene grupos ureido puede producirse selectivamente realizando mediante la reacción de fórmula (117) anterior haciendo que la relación entre la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico esté dentro de un intervalo específico en un sistema en el que están presentes la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada. Este intervalo preferente específico y la razón por la cual es preferente (razón supuesta) se explica a continuación junto con las condiciones de reacción de cada etapa.

El procedimiento correspondiente a (2) anterior, que se lleva a cabo, preferentemente, en el procedimiento de la presente realización, es un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido mediante un proceso comprendido realizando las siguientes etapas (a) y (b) en ese orden:

etapa (a): etapa de obtención de una mezcla de reacción que contiene un compuesto que tiene grupos ureido

mediante reacción de una amina orgánica y un derivado del ácido carbónico; y  
 etapa (b): etapa de producir un éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar el compuesto que tiene  
 grupos ureido obtenidos en la etapa (a) y una composición hidroxilada utilizando un reactor de producción de  
 uretano equipado con un condensador, en el que un gas que contiene la composición hidroxilada, un compuesto que  
 5 tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico y amoníaco formado como un subproducto en la  
 reacción se introduce en el condensador proporcionado en el reactor de producción de uretano y la composición  
 hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico se condensan.

A continuación se proporciona una explicación de las etapas (a) y (b).

<Etapa (a)>

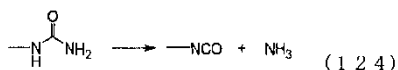
La etapa (a) es una etapa de obtención de una mezcla de reacción que contiene un compuesto que contiene grupos  
 ureido mediante la reacción de un grupo de amina orgánica y un derivado del ácido carbónico. La figura 6 muestra  
 15 un dibujo conceptual que representa la etapa (a). Además, se puede formar amoníaco en la etapa (a) dependiendo  
 del compuesto utilizado para el derivado del ácido carbónico (y particularmente en el caso de utilizar urea).

Aunque varían según los compuestos que se hicieron reaccionar, las condiciones de reacción para llevar a cabo la  
 reacción entre la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico son tales que el número de derivados del ácido  
 carbónico con respecto al número entre grupos amino de la amina orgánica está dentro de un intervalo de 1 a 100  
 20 veces. En el caso de utilizar una pequeña cantidad del derivado del ácido carbónico, se forman fácilmente  
 compuestos de carbonilo complejamente sustituidos, tales como, compuestos que tienen grupos ureileno  
 presumiblemente atribuibles a la fórmula (119) anterior. Por lo tanto, es preferente utilizar una cantidad en exceso  
 del derivado del ácido carbónico.

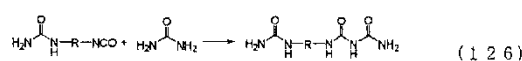
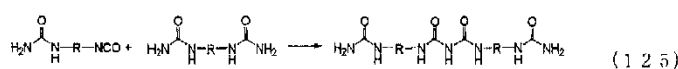
Además, se supone que una cantidad en exceso de derivado del ácido carbónico presente en el sistema de reacción  
 de la etapa (a) tiene el efecto de estabilizar el compuesto que tiene grupos ureido formados en el mismo. Según los  
 estudios realizados por los inventores de la presente invención, se determinó que los compuestos que tienen un  
 enlace biuret (por ejemplo, el compuesto del lado derecho de la siguiente fórmula (125)) y los compuestos que  
 30 tienen un biuret terminal (por ejemplo, el compuesto a la derecha de la fórmula (126) siguiente) se formaron durante  
 el transcurso de la producción del compuesto que tenía grupos ureido dependiendo de las condiciones de reacción.  
 Con el fin de formar el compuesto diana que tiene grupos ureido con alta selectividad, es necesario inhibir la  
 formación de dichos compuestos. Como resultado de los estudios exhaustivos llevados a cabo por los inventores de  
 la presente invención, se descubrió sorprendentemente que existe una relación íntima entre la cantidad de derivado  
 35 del ácido carbónico en el sistema de reacción y las cantidades de dichos compuestos formados y que la formación  
 de dichos compuestos se reduce cuanto mayor es la cantidad de derivado del ácido carbónico presente. Aunque el  
 mecanismo por el cual el derivado del ácido carbónico presente en el sistema de reacción demuestra este efecto no  
 está claro, los inventores de la presente invención hicieron las presunciones indicadas a continuación con respecto a  
 este mecanismo.

En el presente documento, se considera un ejemplo de una reacción en el caso de utilizar una amina orgánica que  
 tiene dos grupos amina primarias. Esto se aplica naturalmente también al caso de utilizar una amina orgánica  
 distinta a la indicada o un derivado del ácido carbónico.

En primer lugar, se considera el mecanismo mediante el cual se forman compuestos que tienen un enlace biuret y  
 compuestos que tienen un biuret terminal. El compuesto que tiene grupos ureido forma un compuesto que tiene un  
 isocianato terminal (grupo -NCO) y amoníaco debido a la descomposición térmica entre grupos ureido dependiendo  
 45 de las condiciones de reacción (según la fórmula (124) siguiente, por ejemplo).



Se presume que son casos en los que el compuesto que tiene un isocianato terminal reacciona con los grupos  
 ureido (según la fórmula (125) siguiente, por ejemplo), o en el caso en que la urea esté presente en el sistema,  
 reacciona con la urea (según la fórmula (126) siguiente, por ejemplo) para formar un compuesto que tiene un enlace  
 55 biuret o un compuesto que tiene un biuret terminal:



(en las que,  
 R representa un grupo orgánico sustituido con dos sustituyentes).

Se supone que el ácido carbónico estabiliza los grupos ureido mediante coordinación con los grupos ureido mediante enlaces de hidrógeno en el líquido de reacción, y tiene el efecto de inhibir la primera reacción en particular (es decir, la reacción representada por la fórmula (124) anterior) entre esta serie de reacciones.

Además, los inventores de la presente Invención también descubrieron que un derivado del ácido carbónico presente en el líquido de reacción tiene el efecto de inhibir la formación de éster del ácido carbámico N-sustituido inhibiendo la reacción entre el compuesto que tiene grupos ureido y un compuesto hidroxilado. Este efecto también se cree que es el resultado de la estabilización entre grupos ureido por el derivado del ácido carbónico.

De esta manera, la utilización de una cantidad en exceso de derivado del ácido carbónico es preferente, ya que permite que el compuesto que tiene grupos ureido se forme con una selectividad elevada. Sin embargo, la utilización de una cantidad demasiado excesiva de derivado del ácido carbónico aumenta el tamaño del reactor, haciendo difícil la aplicación industrial, o, como se describirá más adelante, puede dificultar la separación y recuperación del derivado del ácido carbónico. Por consiguiente, el número de derivados del ácido carbónico basado en el número entre grupos amino de la amina orgánica está, preferentemente, dentro de un intervalo de 1,1 a 10 veces y, más preferentemente, dentro de un intervalo de 1,5 a 5 veces.

Además, también es necesario prestar atención al procedimiento al llevar a cabo la reacción teniendo en cuenta el papel del derivado del ácido carbónico como se ha descrito anteriormente. A saber, se lleva a cabo, preferentemente, un procedimiento en el que, por ejemplo, toda la cantidad de derivado del ácido carbónico utilizado se disuelve por adelantado en un disolvente de reacción (cuyos detalles se describirán más adelante), seguido de la adición de la amina orgánica a esta solución mixta con el fin de mantener continuamente el número de derivados del ácido carbónico en el sistema de reacción en un estado de exceso (y en un estado de gran exceso si es posible) basado en el número entre grupos amino de la amina orgánica.

A continuación, se da una explicación de la concentración de amoníaco en el sistema. Además, el intervalo preferente de la concentración de amoníaco descrita en el presente documento se refiere a la concentración de amoníaco en el líquido de reacción después de que el compuesto que tiene grupos ureido se ha formado hasta cierto grado (tal como, con un rendimiento no inferior al 5% basado en la amina orgánica) y no se hace referencia al mismo al principio de la reacción.

La reacción en la que se forma el éster de  $-O-(R^2 \text{ y/o Ar})$  del ácido carbámico N-sustituido (tal como, la reacción de la fórmula (118) mencionada anteriormente) es una reacción en equilibrio y el equilibrio está considerablemente desplazado hacia el lado de los reactivos. Sin embargo, como resultado de los estudios llevados a cabo por los inventores de la presente invención, se determinó que la reacción en la que se forma el compuesto que tiene grupos ureido (reacción de la fórmula (117) (mencionada anteriormente) es una reacción en la que el equilibrio de la misma está considerablemente desplazado hacia el lado de los productos o es una reacción irreversible, y es prácticamente independiente de la concentración de amoníaco en el sistema. Dicho hallazgo era, hasta ahora, desconocido y es sorprendente. Por lo tanto, se descubrió que el compuesto que tiene grupos ureido puede formarse selectivamente manteniendo la concentración de amoníaco en el líquido de reacción de la etapa (a) a un cierto nivel o más e inhibiendo la formación de éster del ácido carbámico N-sustituido mediante una reacción entre el compuesto que tiene grupos ureido formados y el compuesto hidroxilado aromático (reacción de la fórmula (118) mencionada anteriormente) y se descubrió además que el compuesto que tiene grupos ureido se puede obtener con buena selectividad inhibiendo las reacciones secundarias manteniendo la concentración de amoníaco a un cierto nivel o superior. En los procedimientos dados a conocer anteriormente para producir compuestos que tienen grupos ureido, los productos secundarios de la reacción se formaron fácilmente cuando se obtuvo un compuesto que tiene grupos ureido según la reacción mencionada anteriormente y estaban contenidos dentro de un intervalo en el que el éster del ácido carbámico N-sustituido formado según la fórmula (118) mencionada anteriormente se forma simultáneamente en grandes cantidades, lo que da como resultado el serio problema de la aparición concomitante de reacciones secundarias atribuibles al éster del ácido carbámico N-sustituido. Con el fin de resolver este problema, se controla la cantidad de urea y/o de éster del ácido carbámico urea no N-sustituido utilizado y/o la concentración de amoníaco. La concentración de amoníaco preferente para demostrar dicho efecto es superior a 10 ppm, más preferentemente superior a 100 ppm, incluso más preferentemente superior a 300 ppm, y de la forma más preferente superior a 1.000 ppm.

La etapa (a) puede llevarse a cabo a una temperatura de reacción dentro de un intervalo de 30 a 250°C. Aunque es preferente una alta temperatura para aumentar la velocidad de reacción, por otro lado, puesto que se producen reacciones indeseables a temperaturas altas (tales como, la descomposición del derivado del ácido carbónico) que dan lugar a la formación de compuestos de urea complejamente sustituidos y compuestos de carbonilo, la temperatura de reacción está, preferentemente, dentro de un intervalo de 50 a 200°C y, más preferentemente, dentro de un intervalo de 70 a 180°C. En el reactor se puede instalar un aparato de enfriamiento o aparato de calentamiento conocidos para llevar a cabo la etapa (a) para mantener una temperatura de reacción constante.

Aunque varía según los tipos de compuestos utilizados, la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el aparato de reacción y similares, normalmente, la reacción se lleva a cabo, preferentemente, a una

presión de reacción dentro de un intervalo de 0,01 kPa a 10 MPa (presión absoluta), y teniendo en cuenta la facilidad de aplicación industrial, se lleva a cabo, preferentemente, a una presión de reacción dentro de un intervalo de 0,1 kPa a 5 MPa (presión absoluta).

5 No hay limitaciones particulares sobre el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de un procedimiento continuo), y el tiempo de reacción es, generalmente, de 0,001 a 100 horas, preferentemente de 0,01 a 80 horas y, más preferentemente, de 0,1 a 50 horas. Además, la reacción puede terminarse después de confirmar que se ha formado la cantidad deseada del compuesto que tiene grupos ureido mediante la obtención de muestras del líquido de reacción y determinando la cantidad del compuesto que tiene grupos ureido mediante cromatografía de líquidos, por ejemplo. Aunque la etapa (a) es una etapa de producir el compuesto que tiene grupos ureido, en la etapa (a), si una gran cantidad entre grupos amino derivados de la amina orgánica sin reaccionar está presente, se forman compuestos que tienen grupos ureileno y similares en la etapa (b) llevada a cabo después de la etapa (a), que, con frecuencia, no solo causa una disminución de la cantidad de éster del ácido carbámico N-sustituido formada, sino que también provoca adhesión y solidificación en el reactor. Por lo tanto, en la etapa (a), es preferente reducir la cantidad entre grupos amino derivados de la amina orgánica formando el compuesto que tiene grupos ureido con un rendimiento tan alto como sea posible. Más específicamente, la reacción se continua, preferentemente, hasta que la relación del número entre grupos amino derivados de la amina orgánica y el número entre grupos ureido que componen el compuesto que tiene grupos ureido se convierte, preferentemente, en 0,25 o menos, más preferentemente 0,1 o menos, y, aún más preferentemente, 0,05 o menos.

20 En la presente realización, se puede utilizar un catalizador según sea necesario, y ejemplos de catalizadores que se pueden utilizar pueden incluir compuestos metálicos orgánicos y compuestos metálicos inorgánicos de estaño, plomo, cobre o titanio y los catalizadores básicos, tales como, los alcoholatos de metales alcalinos o alcalinotérreos en forma de metilatos, etilatos y butiratos de litio, sodio, potasio, calcio o bario.

25 La reacción de la etapa (a) se lleva a cabo, preferentemente, en presencia de un disolvente desde el punto de vista de bajar la viscosidad del líquido de reacción y/o hacer homogéneo el sistema de reacción. Entre los ejemplos de disolventes que se pueden utilizar, preferentemente, como disolventes de reacción se pueden incluir alcanos, tales como, pentano, hexano, heptano, octano, nonano o decano; hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos aromáticos sustituidos con alquilo, tales como, benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno o naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como, acetonitrilo o benzonitrilo; compuestos aromáticos sustituidos con un grupo halógeno o nitro, tales como, clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno o nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como, difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno o dibenciltolueno; hidrocarburos alifáticos, tales como, ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; cetonas, tales como, metiletilcetona o acetofenona; ésteres tales como, ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo o ftalato de bencilbutilo; éteres y tioéteres, tales como, tetrahydrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, éter de difenilo o sulfuro de difenilo; compuestos de cetona, tales como, acetona o metiletilcetona; compuestos de éster, tales como, acetato de etilo o benzoato de etilo; y sulfóxidos, tales como, dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido, y compuestos hidroxilados, tales como, agua, alcoholes o compuestos hidroxilados aromáticos. Sin embargo, desde el punto de vista de la solubilidad del producto en forma del compuesto que tiene grupos ureido, el disolvente de reacción es, preferentemente, agua o una composición hidroxilada (alcohol y compuesto hidroxilado aromático), y, más preferentemente, una composición hidroxilada (siendo la composición hidroxilada una composición hidroxilada compuesta por un tipo o una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados, y una composición hidroxilada utilizada, preferentemente, como disolvente de reacción en la etapa (a) se denomina en adelante "composición hidroxilada a"). Además, estos disolventes se pueden utilizar solos o como una mezcla de dos o más tipos de los mismos.

50 Aunque los compuestos hidroxilados que componen la composición hidroxilada a pueden ser completamente idénticos, parcialmente idénticos o diferentes de los compuestos hidroxilados que componen la composición hidroxilada utilizada en la etapa (b), para facilitar el procedimiento, la composición hidroxilada a es, preferentemente, la misma que la composición hidroxilada utilizada en la etapa (b) o es una composición compuesta por dicha composición hidroxilada. Aunque más adelante se da a conocer una explicación, la reacción de la etapa (a) se realiza, más preferentemente, en presencia de una composición hidroxilada aromática (,como mínimo, un tipo de composición que contiene un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula 46 mencionada anteriormente)), o la reacción de la etapa (a) se lleva a cabo en presencia de un alcohol o una composición hidroxilada aromática, seguida por la adición de una composición hidroxilada aromática (,como mínimo, un tipo de composición que contiene un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente).

60 Aunque los disolventes de reacción indicados en el presente documento se pueden utilizar en una cantidad arbitraria, en el caso de utilizar un alcohol para el disolvente de reacción, se puede utilizar en una relación estequiométrica dentro de un intervalo de más de 1 vez a menos de 100 veces sobre la base de la grupos amino de la amina orgánica primaria. Aunque es preferente utilizar un exceso de alcohol basado en los grupos amino de la amina orgánica primaria con el fin de mejorar la fluidez del líquido de reacción y permitir que la reacción proceda de manera eficiente, ya que los problemas pueden dar como resultado un incremento tal en el tamaño del reactor si se utiliza una cantidad demasiado excesiva de alcohol, el alcohol se puede utilizar en una relación estequiométrica,

más preferentemente dentro de un intervalo de más de 5 veces a menos de 50 veces y, aún más preferentemente, dentro de un intervalo de más de 8 veces a menos de 20 veces los grupos amino de la amina orgánica primaria.

Además, en el caso de utilizar un compuesto hidroxilado aromático para el disolvente de la reacción de la etapa (A), se puede utilizar en una relación estequiométrica dentro de un intervalo de más de 1 vez a menos de 10 veces los grupos amino de la amina orgánica primaria. Aunque es preferente utilizar un exceso de compuesto hidroxilado aromático basado en los grupos amino de la amina orgánica primaria con el fin de mejorar la fluidez del líquido de reacción y permitir que la reacción proceda de manera eficiente, ya que los problemas pueden dar como resultado un incremento tal en el tamaño del reactor si se utiliza una cantidad demasiado excesiva del compuesto hidroxilado aromático, el compuesto hidroxilado aromático se puede utilizar en una relación estequiométrica, más preferentemente dentro de un intervalo de más de 2 veces a menos de 50 veces y, aún más preferentemente, dentro de un intervalo de más de 3 veces a menos de 20 veces los grupos amino de la amina orgánica primaria.

Entre los alcoholes representados por la fórmula mencionada anteriormente (45) y los compuestos hidroxilados aromáticos representados por la fórmula (46) mencionada anteriormente, un compuesto hidroxilado aromático en el que  $R^{29}$  es un grupo aromático se utiliza, preferentemente, en consideración de la solubilidad del compuesto que tiene grupos ureido formados. Por ejemplo, aunque la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública no. H6-4-104-5 describe el efecto de que la polihexametileno-urea formada mediante una reacción entre urea y hexametildiamina es poco soluble en n-butanol, con respecto a este punto, los compuestos hidroxilados aromáticos con frecuencia tienen una solubilidad superior para diversos productos de reacción, incluyendo los compuestos que tienen grupos ureido. Además, los compuestos hidroxilados aromáticos también demuestran el efecto de promover la reacción entre la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico. Aunque el mecanismo por el cual se demuestra este efecto no está claro, los inventores de la presente invención han supuesto que, aunque los derivados del ácido carbónico, en general, tienden a adoptar un estado asociado, ya que los compuestos hidroxilados aromáticos tienen grupos hidroxilo ácidos, los grupos hidroxilo inhiben la asociación entre derivados del ácido carbónico, haciendo así más fácil que las aminas se acerquen a los sitios de reacción del derivado del ácido carbónico (que se supone que son átomos de carbono que componen los grupos carbonilo del derivado del ácido carbónico).

En el caso de utilizar un compuesto hidroxilado aromático para el disolvente de reacción, aunque el compuesto hidroxilado aromático se puede utilizar solo o mixto con otros disolventes, la cantidad del compuesto hidroxilado aromático utilizado está dentro del intervalo de los valores descritos anteriormente. Incluso en el caso de la adición de una composición hidroxilada aromática (una composición que contiene, como mínimo, un tipo de compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente), después de haber llevado a cabo la etapa (a) en presencia de alcohol, la composición hidroxilada aromática se utiliza dentro de los intervalos descritos anteriormente. En ese momento, el alcohol utilizado durante la reacción de la etapa (a) se utiliza también en la relación estequiométrica indicada para el compuesto hidroxilado aromático basado en la amina orgánica como se ha descrito previamente. En el caso de utilizar agua en la etapa (a), el agua se utiliza, preferentemente, junto con una composición hidroxilada aromática y/o alcohol. Aunque el agua solo se puede utilizar como disolvente, puede ser necesario eliminar el agua después de la finalización de la etapa (a). Además, si se añade un compuesto hidroxilado aromático en la cantidad descrita anteriormente después de la finalización de la etapa (a), el líquido de reacción puede separarse en una fase acuosa y fase orgánica o de la composición hidroxilada aromática y el compuesto que tiene grupos ureido puede solidificarse, evitando de ese modo la transferencia de un líquido homogéneo cuando se lleva a cabo la etapa (b) o causar la obstrucción de las bombas y líneas de transferencia. Así, en el caso de utilizar agua sola para el disolvente de la etapa (a), el agua se elimina antes o después de la adición del compuesto hidroxilado aromático. Aunque varía según los compuestos utilizados y la composición, se elimina el agua hasta que la cantidad de agua está dentro de un intervalo de 10 ppm a 10% en peso, preferentemente de 10 ppm a 5% en peso y, más preferentemente, de 10 ppm a 2% en peso en el líquido de reacción (o líquido mixto) después de la extracción de los mismos. Un procedimiento conocido para eliminar el agua se puede utilizar para el procedimiento de eliminación de agua y los ejemplos de procedimientos que se pueden utilizar incluyen, preferentemente, la eliminación por destilación a presión reducida o presión normal, la utilización de un adsorbente, tal como, zeolita, la adición de un compuesto hidrolizable, tal como, un acetal, seguido de la eliminación de agua mediante una reacción de hidrólisis, y la eliminación de agua con un compuesto que reacciona con el agua en la forma de N, N-diciclohexilcarbodiimida. El agua se elimina, más preferentemente, por destilación. En el caso de utilizar agua junto con una composición hidroxilada aromática y/o alcohol como disolvente en la etapa (a), la cantidad de agua en la reacción está dentro de un intervalo de 10 ppm a 10% en peso, preferentemente de 10 ppm a 5% en peso, y, más preferentemente, de 10 ppm a 2% en peso. Los inventores de la presente invención descubrieron, sorprendentemente, que la reacción de la etapa (a) demuestra una mejora en la velocidad de reacción debido a la presencia de agua. Por lo tanto, tener agua presente durante la reacción es un procedimiento preferente. Aunque no se han determinado los detalles de este efecto, se presume que el efecto de la mejora de la nucleofilicidad de la amina orgánica se demuestra por el agua.

No hay limitaciones particulares sobre el aparato de reacción utilizado en la realización de la reacción, y se puede utilizar un reactor conocido. Por ejemplo, los recipientes de reacción convencionalmente conocidos pueden combinarse adecuadamente, tal como, un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un reactor de tipo columna, una columna de destilación, una columna de relleno o un



destilador de película fina. No hay limitaciones particulares sobre el materiales del recipiente de reacción y se pueden utilizar materiales conocidos. Entre los ejemplos de los mismos se pueden incluir materiales de vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales de base revestidos de vidrio y materiales recubiertos de teflón (marca registrada). Los materiales, tales como, SUS304, SUS316 o SUS316L, son baratos y se pueden utilizar preferentemente. Según sea necesario se pueden añadir aparatos de proceso conocidos, tales como, un caudalímetro, un termómetro y otros instrumentos de medición o un rehervidor, una bomba o un condensador y similares, se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como, vapor o un calentador, para calentar y se puede utilizar un procedimiento conocido como enfriamiento por aire, agua de refrigeración o solución saturada de cloruro sódico para refrigeración. También se pueden añadir etapas si es necesario. Por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos que puedan ser concebidos por un experto o ingeniero con conocimientos ordinarios en la materia, tales como, una etapa de eliminación del amoníaco formado, una etapa de purificación de la amina primaria orgánica, una etapa de disolución de la urea en el compuesto hidroxilado aromático, una etapa de disolución del compuesto hidroxilado aromático, una etapa de separación del alcohol, una etapa de separación y/o purificación del compuesto hidroxilado aromático, una etapa de purificación del compuesto que tiene grupos ureido del líquido de reacción formado o una etapa de incineración o descarte de subproductos y similares.

Un compuesto que tiene grupos ureido obtenidos según la reacción descrita anteriormente es un compuesto representado por la fórmula (80) mencionada anteriormente.

En el caso de utilizar un disolvente de reacción en la etapa (a), el disolvente de reacción puede retirarse del líquido de reacción de la etapa (a) antes de llevar a cabo la etapa (b), o la etapa (b) se puede llevar a cabo sin la eliminación de la disolvente de reacción. En particular, el compuesto hidroxilado se utiliza como disolvente de reacción es la etapa (a) se utiliza, preferentemente, como tal como, una parte de la composición hidroxilada de la etapa (b).

<Etapa (c)>

En el caso de utilizar el éster del ácido carbámico para el derivado del ácido carbónico en la etapa (a) o en la etapa (A) explicada anteriormente, el éster del ácido carbámico es, preferentemente, un éster del ácido carbámico producido mediante la etapa (c) siguiente: etapa (c): una etapa en la que se produce un éster del ácido carbámico haciendo reaccionar una composición hidroxilada c (la composición hidroxilada c contiene un tipo, o una pluralidad de tipos, de compuestos hidroxilados, puede ser el mismo o diferente de la composición hidroxilada a de la etapa (a), puede ser la misma o diferente de la composición hidroxilada de la etapa (b), y puede ser la misma o diferente de la composición hidroxilada de la etapa (A)) y urea.

La figura 7 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (c).

A continuación se da a conocer una explicación de la etapa (c).

La composición hidroxilada c utilizada en la etapa (c) es una composición que contiene un tipo, o una pluralidad de tipos, de compuestos hidroxilados. Para el compuesto hidroxilado se puede utilizar un alcohol y/o compuesto hidroxilado aromático. En el caso de que el compuesto hidroxilado sea un alcohol, es preferente un alcohol representado por la fórmula (45) mencionada anteriormente, mientras que en el caso de que el compuesto hidroxilado sea un compuesto hidroxilado aromático, es preferente un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente. La composición hidroxilada utilizada en el presente documento tiene el papel de un disolvente de reacción en la etapa (c) y un papel para formar un éster del ácido carbámico haciendo reaccionar con urea. En el caso de un compuesto hidroxilado aromático en particular, los inventores de la presente invención descubrieron que, de forma similar a la reacción de formación de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la velocidad de reacción de la reacción de formación del éster del ácido carbámico también depende de la estructura del compuesto hidroxilado aromático. Por lo tanto, teniendo en cuenta la reactividad con urea, es preferente un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (56) mencionada anteriormente, mientras que es más preferente un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (67) mencionada anteriormente.

La composición hidroxilada c puede ser igual o diferente de la composición hidroxilada a de la etapa (a), puede ser igual o diferente de la composición hidroxilada de la etapa (b) y puede ser igual o diferente de la composición hidroxilada de la etapa (A).

Se puede hacer referencia a un procedimiento conocido (tal como, el dado a conocer en la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. H5-310677) con respecto a las condiciones de reacción de la etapa (c).

Aunque variable según los compuestos utilizados, la relación de las cantidades de urea y la composición hidroxilada utilizadas en la reacción de la etapa (c) es, preferentemente, tal que la relación estequiométrica de la cantidad de la composición hidroxilada y la cantidad de urea es 5 o más. En el caso de que la relación estequiométrica de la cantidad de la composición hidroxilada con respecto a la cantidad de urea sea inferior a 5, el rendimiento de éster

del ácido carbámico puede disminuir o puede requerirse un largo período de tiempo para la reacción. Aunque no existe un límite superior en la cantidad de la composición hidroxilada basada en la urea, puesto que la utilización de una cantidad demasiado excesiva de la composición hidroxilada conduce a una disminución en la eficiencia de producción del éster del ácido carbámico, la relación estequiométrica descrita anteriormente es, generalmente, de 100 o menos.

Puesto que la reacción entre la composición hidroxilada y la urea es tal que el equilibrio de la misma está desplazado hacia los reactivos, el amoníaco formado como subproducto de la reacción se elimina, preferentemente, fuera del sistema. Un aspecto preferente del procedimiento para eliminar el amoníaco es la destilación reactiva. La reacción también puede llevarse a cabo al llevar a ebullición la composición hidroxilada para aumentar la eficacia de eliminación del amoníaco. La reacción también puede llevarse a cabo en el punto de ebullición de un disolvente para el mismo propósito utilizando un disolvente que tiene un punto de ebullición estándar más bajo que la composición hidroxilada utilizada. La composición hidroxilada y el disolvente llevados a ebullición se separan del amoníaco mediante un procedimiento conocido, tal como, destilación, y el amoníaco se elimina fuera del sistema. Entre los ejemplos de dichos disolventes se pueden incluir hidrocarburos, tales como, pentano, hexano, ciclohexano, heptano, benceno, tolueno o xileno, hidrocarburos halogenados, tales como, diclorometano, cloroformo o tetracloruro de carbono, cetonas, tales como, acetona o metiletilcetona, y éteres, tales como, tetrahidrofurano o dioxano.

Un aspecto preferente para eliminar el amoníaco formado como subproducto en el sistema de reacción es un procedimiento que utiliza un gas inerte. A saber, el amoníaco que se forma continuamente durante la reacción se combina con un gas inerte en un estado gaseoso para separarlo del sistema de reacción. Entre los ejemplos de dichos gases inertes se pueden incluir nitrógeno, helio, argón, dióxido de carbono, metano, etano y propano.

Otro ejemplo de un aspecto preferente de la eliminación del amoníaco formado como subproducto en el sistema de reacción es un procedimiento en el que el amoníaco se separa por adsorción con un adsorbente. El adsorbente utilizado es el que tiene la capacidad de adsorber amoníaco a la temperatura y en las condiciones utilizadas, y entre los ejemplos de los mismos se pueden incluir sílice, alúmina, zeolita y tierra de diatomeas.

La temperatura de reacción de la etapa (c) está, preferentemente, dentro de un intervalo de 120 a 250°C y, más preferentemente, dentro de un intervalo de 130 a 240°C. Si la temperatura es inferior a estos intervalos, la velocidad de reacción se ralentiza y se requiere un tiempo considerable para obtener un rendimiento alto, haciendo que esto sea inadecuado para la aplicación industrial. Por otra parte, si la temperatura es mayor que los intervalos anteriores, el rendimiento puede disminuir debido a la aparición de reacciones secundarias, haciendo que esto sea indeseable.

Aunque variando según condiciones, tales como, la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el procedimiento de eliminación de amoníaco o el aparato de reacción, la presión de reacción está normalmente dentro de un intervalo de 0,01 kPa a 5 MPa (presión absoluta).

No hay limitaciones particulares sobre el aparato de reacción utilizado en la realización de la reacción, y se puede utilizar un reactor conocido. Por ejemplo, los recipientes de reacción convencionalmente conocidos pueden combinarse adecuadamente, tal como, un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un reactor de tipo columna, una columna de destilación, una columna de relleno o un destilador de película fina. No hay limitaciones particulares sobre el material del recipiente de reacción y se pueden utilizar materiales conocidos. Entre los ejemplos se pueden incluir materiales de vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales de base revestidos de vidrio y materiales recubiertos de teflón (marca registrada). Los materiales, tales como, SUS304, SUS316 o SUS316L, son baratos y se pueden utilizar preferentemente. Según sea necesario se pueden añadir aparatos de proceso conocidos, tales como, un caudalímetro, un termómetro y otros instrumentos de medición o un rehervidor, una bomba o un condensador y similares, se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como, vapor o un calentador, para calentar y se puede utilizar un procedimiento conocido como enfriamiento por aire, agua de refrigeración o solución saturada de cloruro sódico para refrigeración. También se pueden añadir etapas si es necesario. Por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos que puedan ser concebidos por un experto o ingeniero con conocimientos ordinarios en la materia, tales como, una etapa de eliminación del amoníaco formado, una etapa de purificación de la amina primaria orgánica, una etapa de disolución de la urea en el compuesto hidroxilado aromático, una etapa de disolución del compuesto hidroxilado aromático, una etapa de separación del alcohol, una etapa de separación y/o purificación del compuesto hidroxilado aromático, una etapa de purificación del compuesto que tiene grupos ureido del líquido de reacción formado o una etapa de incineración o descarte de subproductos y similares. Además, preferentemente se utiliza un aparato provisto de una columna de destilación o un condensador parcial y similares, que separa el amoníaco, la composición hidroxilada y el disolvente, seguido de la devolución de la composición hidroxilada y el disolvente al sistema de reacción.

Aunque no se requiere la utilización de un catalizador en la reacción de la etapa (c), se puede utilizar un catalizador con el propósito de reducir la temperatura de reacción o aumentar la velocidad de reacción. Entre los ejemplos de dichos catalizadores que se utilizan preferentemente se pueden incluir elementos de tierras raras, antimonio y bismuto solos, así como óxidos, sulfuros y cloruros de estos elementos; boro y compuestos de boro; metales pertenecientes a las familias del cobre, cinc, aluminio, carbono y titanio de la tabla periódica, así como óxidos y sulfuros de estos metales; y carburos y nitruros de elementos pertenecientes a la familia del carbono (excluyendo el

carbono) y a las familias del titanio, vanadio y cromo de la tabla periódica. En el caso de utilizar un catalizador, aunque se puede adoptar cualquier relación para la relación de las cantidades del catalizador y de la urea, el catalizador se utiliza, generalmente, a de 0,0001 a 0,1 veces la cantidad de urea en términos de la relación en peso de los mismos.

5 En la reacción de la etapa (c) también se puede utilizar un disolvente de reacción con el fin de reducir la viscosidad del líquido de reacción y/o hacer homogéneo el sistema de reacción. Entre los ejemplos de disolventes que se pueden utilizar, preferentemente, como disolventes de reacción se pueden incluir alcanos, tales como, pentano, hexano, heptano, octano, nonano o decano; hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos aromáticos sustituidos con alquilo, tales como, benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno o naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como, acetonitrilo o benzonitrilo; compuestos aromáticos sustituidos con un grupo halógeno o nitro, tales como, clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno o nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como, difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno o dibenciltolueno; hidrocarburos alifáticos, tales como, ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; cetonas, tales como, metiletilcetona o acetofenona; ésteres tales como, ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo o ftalato de bencilbutilo; éteres y tioéteres, tales como, tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, éter de difenilo o sulfuro de difenilo; compuestos de cetona, tales como, acetona o metiletilcetona; compuestos de éster, tales como, acetato de etilo o benzoato de etilo; y sulfóxidos, tales como, dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido. Naturalmente, una composición hidroxilada c en exceso utilizada en la etapa (c) también se utiliza, preferentemente, como disolvente de reacción.

El líquido de reacción de la etapa (c) que contiene un éster del ácido carbámico producido de esta manera se puede utilizar directamente en la reacción de la etapa (a) o la reacción de la etapa (A), o el éster del ácido carbámico puede utilizarse en la reacción de la etapa (a) o la reacción de la etapa (A) mediante la separación del éster del ácido carbámico. Además, después de la adición de un disolvente de reacción y similares utilizados en la etapa (a) al líquido de reacción de la etapa (c), la totalidad o una parte del disolvente de reacción utilizado en la etapa (c), el compuesto hidroxilado en exceso o sin reaccionar y la urea en exceso o sin reaccionar y similares pueden extraerse del líquido de reacción de la etapa (c) y se utilizan en la etapa (a). La separación del éster del ácido carbámico, el disolvente de la reacción, la composición hidroxilada, la urea y similares se puede llevar a cabo utilizando un procedimiento conocido, tal como, separación por destilación, precipitación o separación por membrana.

<Etapa (b)>

La etapa (b) es una etapa de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido mediante la reacción de un compuesto que tiene grupos ureido obtenidos en la etapa (a) con la composición hidroxilada. La figura 8 muestra un dibujo conceptual que representa la etapa (b).

En el caso de la utilización de la composición hidroxilada a para el disolvente de reacción de la etapa (a) y la composición hidroxilada a es la misma que la composición hidroxilada de la etapa (b), la etapa (b) puede llevarse a cabo directamente utilizando el líquido de reacción obtenido en la etapa (a). En el caso de que el disolvente de reacción de la etapa (a) difiere de la composición hidroxilada de la etapa (b), la etapa (b) también puede llevarse a cabo mediante la adición nuevamente de un compuesto hidroxilado al líquido de reacción obtenido en la etapa (a). Uno o más tipos de compuestos hidroxilados recientes pueden añadirse nuevamente al líquido de reacción obtenido en la etapa (a), y de forma continua, la etapa (b) puede llevarse a cabo después de la separación de todo o una parte del disolvente de reacción de la etapa (a). La etapa (b) también puede llevarse a cabo después de la adición reciente del compuesto hidroxilado después de haber eliminado todo o una parte del disolvente de reacción de la etapa (a). La composición hidroxilada añadida aquí es una composición hidroxilada que contiene, como mínimo, un tipo de un alcohol representado por la fórmula (45) mencionada anteriormente o el compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente. Entre las composiciones hidroxiladas, es preferente una composición hidroxilada aromática que contiene, como mínimo, un tipo de compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (46), es más preferente una composición hidroxilada aromática que contiene un compuesto hidroxilado aromático activo representado por la fórmula (56) mencionada anteriormente y es todavía más preferente una composición hidroxilada aromática que contiene un compuesto hidroxilado aromático activo representado por la fórmula (67) mencionada anteriormente. No hay limitaciones concretas sobre el procedimiento utilizado para separar el disolvente de reacción utilizado en la etapa (a) y, aunque se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como, separación por destilación, separación por membrana o separación de extracción, es preferente la separación por destilación.

La composición hidroxilada utilizada en la etapa (b) es, preferentemente, una composición hidroxilada aromática que contiene un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (46) y, más preferentemente, una composición hidroxilada aromática que contiene un compuesto hidroxilado aromático activo representado por la fórmula (56) o (67).

Aunque variable según los compuestos que se hicieron reaccionar, las condiciones de reacción para la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar el compuesto que tiene grupos ureido y la composición hidroxilada en la etapa (b) son aquellas en las que la cantidad de la composición hidroxilada es tal que

la relación estequiométrica entre el número de compuestos hidroxilados que componen la composición hidroxilada y el número entre grupos ureido del compuesto que tiene grupos ureido utilizados está dentro de un intervalo de 1 a 500 veces. Aunque es preferente utilizar un exceso de compuesto hidroxilado, ya que los compuestos carbonilo complejamente sustituidos y los compuestos de alto peso molecular que tienen enlaces carbonilo en las moléculas de los mismos se forman fácilmente si la relación estequiométrica es de menos de 1 vez, considerando el tamaño del reactor, la relación estequiométrica está, preferentemente, dentro de un intervalo de 1 a 100 veces, más preferentemente dentro de un intervalo de 2 a 50 veces y, aún más preferentemente, dentro de un intervalo de 3 a 20 veces.

Aunque variable según los compuestos utilizados, la temperatura de reacción está, preferentemente, dentro de un intervalo de 100 a 350°C. Puesto que la composición hidroxilada y el amoníaco formados como subproducto forman enlaces fuertes si la temperatura es inferior a 100°C, la reacción se ralentiza, la reacción apenas avanza en absoluto o los compuestos carbonilo complejamente sustituidos aumentan, lo que hace que esto sea indeseable. Por otro lado, si la temperatura es superior a 350°C, el derivado del ácido carbónico se descompone, la composición hidroxilada se desnaturaliza mediante deshidratación o la descomposición y la desnaturalización del producto en forma de éster del ácido carbámico N-sustituido se producen fácilmente, lo que hace que esto sea indeseable. Desde estos puntos de vista, la temperatura de reacción está, preferentemente, dentro de un intervalo de 120 a 320°C e, incluso más preferentemente, dentro de un intervalo de 140 a 300°C.

Aunque variable según la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el procedimiento de eliminación del amoníaco y el aparato de reacción y similares, generalmente, la presión de reacción está, preferentemente, dentro de un intervalo de 0,01 Pa a 10 MPa (presión absoluta), está, preferentemente, dentro de un intervalo de 0,1 Pa a 5 MPa (presión absoluta), considerando la facilidad de aplicación industrial, y, más preferentemente, está dentro de un intervalo de 0,1 Pa a 1,5 MPa (presión absoluta) considerando la eliminación de amoníaco gaseoso fuera del sistema.

En la etapa (b), la reacción que forma un éster del ácido carbámico N-sustituido se lleva a cabo, principalmente, con frecuencia en la fase líquida. Por tanto, la composición hidroxilada está presente, preferentemente, en forma de un componente de fase líquida en las condiciones de reacción. Por otra parte, como se describirá más adelante, ya que la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico (que se describirá en detalle más adelante en el presente documento) se introducen en el condensador en forma de un componente de fase gaseosa y se condensan en el condensador, la composición hidroxilada está presente, preferentemente, como un componente de la fase gaseosa en las condiciones de reacción. Por lo tanto, las condiciones de reacción se establecen de tal manera que una parte de la composición hidroxilada está presente en forma de un componente de fase líquida, mientras que una parte está también presente en la forma de un componente de fase gaseosa. En el caso de utilizar una composición hidroxilada compuesta por una pluralidad de compuestos hidroxilados, las condiciones de reacción se establecen de tal manera que, como mínimo, un tipo de los compuestos hidroxilados está presente como un componente de fase líquida. Dado que dichas condiciones de reacción (temperatura y presión de la reacción) están íntimamente relacionados con las propiedades de la composición hidroxilada utilizada y, en particular, con la correlación entre la temperatura y la presión de vapor, las propiedades de la composición hidroxilada utilizada (correlación entre la temperatura y la presión de vapor) se miden o se investigan y se utilizan como indicador para la determinación de las condiciones de reacción. Curiosamente, es una cuestión de sentido común entre los expertos en la materia que la correlación entre las propiedades de la temperatura y la presión de vapor son muy diferentes dependiendo de la pureza de la sustancia y los tipos y las cantidades de otros compuestos presentes, y cuando se establecen las condiciones de reacción también, es obvio que no solo las propiedades de la composición hidroxilada (correlación entre la temperatura y presión de vapor), sino que también se deben tener en cuenta los tipos y las cantidades de otros compuestos presentes.

Como se ha descrito anteriormente, puesto que la reacción que forma un éster del ácido carbámico N-sustituido es una reacción en equilibrio que está desplazada hacia el lado de los reactivos, la reacción se lleva a cabo, preferentemente, mientras se elimina la mayor cantidad de subproducto amoníaco posible del sistema. El amoníaco se elimina de modo que la concentración de amoníaco en el líquido de reacción es, preferentemente, de 1.000 ppm o menos, más preferentemente de 300 ppm o menos, incluso más preferentemente de 100 ppm o menos y, de la forma más preferente de 10 ppm o menos. El amoníaco se puede eliminar mediante procedimientos tales como, destilación reactiva, utilización de un gas inerte, separación de membrana y separación por adsorción. Por ejemplo, la destilación reactiva se refiere a un procedimiento para separar el amoníaco formado continuamente durante la reacción mediante destilación en forma de un gas. Esto puede llevarse a cabo durante la ebullición de un disolvente o la composición hidroxilada con el fin de aumentar la eficiencia de la destilación del amoníaco. Además, un procedimiento que utiliza un gas inerte se refiere a un procedimiento para separar el amoníaco formado continuamente durante la reacción del sistema de reacción en forma de un gas junto con el gas inerte. Entre los ejemplos de gases inertes utilizados se pueden incluir nitrógeno, helio, argón, dióxido de carbono, metano, etano y propano, éstos se pueden utilizar solos o como una mezcla, y es preferente un procedimiento en el que se introduce el gas inerte en el sistema de reacción. Estos procedimientos para la eliminación de amoníaco fuera del sistema pueden llevarse a cabo solos o se puede realizar una pluralidad de tipos en combinación.

Se puede utilizar un catalizador en la reacción con el fin de aumentar la velocidad de reacción, por ejemplo. Entre los

ejemplos de catalizadores que se utilizan preferentemente se pueden incluir catalizadores básicos, tales como, metilatos, etilatos o butiratos de litio, sodio, potasio, calcio o bario, elementos de tierras raras, antimonio o bismuto solos u óxidos, sulfuros y sales de los mismos, compuestos de boro o boro solo, metales de la familia del cobre, la familia del cinc, la familia del aluminio, la familia del carbono y la familia del titanio de la tabla periódica, así como  
5 óxidos metálicos y sulfuros de los mismos, y carburos y nitruros de elementos de la familia del carbono excluyendo carbono, la familia del titanio, la familia del vanadio y la familia del cromo de la tabla periódica. Aunque no hay limitaciones particulares sobre la cantidad de catalizador utilizado en el caso de utilizar un catalizador, se puede utilizar un catalizador dentro de un intervalo de una relación estequiométrica de 0,0001 a 100 veces los grupos amino del compuesto que tiene grupos ureido.

Aunque varía según la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el procedimiento utilizado para eliminar el amoníaco, el aparato de reacción, la presión de reacción y similares, el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de una reacción continua) es, generalmente, de 0,01 a 100 horas. El tiempo de reacción también se puede determinar según la cantidad de formación del compuesto diana en forma de éster del ácido carbámico N-sustituido. Por ejemplo, la reacción puede detenerse después de haber obtenido muestras del líquido de reacción, determinado el contenido del éster del ácido carbámico N-sustituido en el líquido de reacción y confirmado que el éster del ácido carbámico N-sustituido se ha formado con un rendimiento de 10% o más basado en el compuesto que tiene grupos ureido, o la reacción se puede detener después de haber confirmado que el rendimiento es del 90% o más. En el caso de utilizar una composición hidroxilada aromática para la composición hidroxilada, el líquido de reacción que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido obtenido mediante la reacción de la etapa (b) puede utilizarse como tal como, transferencia y almacenamiento de la composición para el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tal como, se ha descrito anteriormente, o puede utilizarse mediante la preparación mediante la adición y/o extracción de la composición hidroxilada aromática, el compuesto que contiene N y el éster del ácido carbámico, y aunque la composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se puede utilizar, preferentemente, para producir isocianato, si el contenido del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en el que el tiempo es bajo (el rendimiento es bajo), se produce una disminución en el rendimiento de isocianato. En el caso de utilizar un alcohol para la composición hidroxilada, aunque el éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido se obtiene en la reacción de la etapa (b), el éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido también se utiliza para producir isocianato después de haberse convertido en un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante diversas etapas que se describirán más adelante. Por lo tanto, también se produce una disminución del rendimiento de isocianato en el caso de un rendimiento bajo de éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido.

Desde los puntos de vista anteriores, el rendimiento es, preferentemente, el 50% o más, más preferentemente el 80% o más y, aún más preferentemente, el 90% o más.

Aunque la utilización de un disolvente de reacción no se requiere necesariamente en la reacción, preferentemente se utiliza un disolvente adecuado como disolvente de reacción con el fin de facilitar el procedimiento de reacción, ejemplos de los cuales pueden incluir alcanos, tales como, pentano, hexano, heptano, octano, nonano o decano; hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos aromáticos sustituidos con alquilo, tales como, benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno o naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como, acetonitrilo o benzonitrilo; compuestos aromáticos sustituidos con un grupo halógeno o nitro, tales como, clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenzoceno o nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como, difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno o dibenciltolueno; hidrocarburos alifáticos, tales como, ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; cetonas, tales como, metiletilcetona o acetofenona; ésteres tales como, ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo o ftalato de bencilbutilo; éteres y tioéteres, tales como, tetrahydrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, éter de difenilo o sulfuro de difenilo; compuestos de cetona, tales como, acetona o metiletilcetona; compuestos de éster, tales como, acetato de etilo o benzoato de etilo; y sulfóxidos, tales como, dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido. Estos disolventes se pueden utilizar solos o dos o más tipos pueden utilizarse como una mezcla. Naturalmente, una composición hidroxilada utilizada en exceso en la reacción se utiliza, preferentemente, para el disolvente de reacción. En particular, la etapa (b) se lleva a cabo, preferentemente, en presencia de un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente. El compuesto hidroxilado aromático puede ser un compuesto hidroxilado aromático en el caso de que un compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada utilizada en la etapa (b) sea un compuesto hidroxilado aromático, o puede ser un compuesto hidroxilado aromático que se añade por separado de la composición hidroxilada utilizada en la etapa (b).

La reacción se lleva a cabo en un sistema que tiene una fase gaseosa que contiene una composición hidroxilada, un compuesto que tiene grupos carbonilo derivados de un derivado del ácido carbónico y amoníaco producido como un subproducto en la reacción, y una fase líquida en la que se lleva a cabo la reacción. Aunque la mayoría de la reacción se lleva a cabo en la fase líquida, la reacción también puede producirse en la fase gaseosa dependiendo de las condiciones de reacción. En ese momento, el contenido volumétrico de la fase líquida en la reacción en la que se lleva a cabo la reacción es, preferentemente, 50% o menos. En el caso de llevar a cabo la reacción continuamente durante un largo periodo de tiempo, aunque pueden formarse subproductos poliméricos debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento (tales como, temperatura o la presión) y similares, si el contenido volumétrico de la fase líquida en el reactor es alto, se puede evitar la adhesión y acumulación de dichos subproductos poliméricos

en el reactor. Sin embargo, dado que la eficiencia de la eliminación del subproducto amoníaco puede llegar a ser mala y el rendimiento del éster del ácido carbámico N-sustituido puede disminuir si el contenido volumétrico de la fase líquida es excesivamente alto, el contenido volumétrico de la fase líquida basado en la fase gaseosa es, preferentemente, el 50% o menos, más preferentemente el 30% o menos e, incluso más preferentemente, el 20% o menos (el contenido volumétrico de la fase líquida se refiere a la relación volumétrica de la fase líquida basada en el volumen del tanque de reacción en el caso de un reactor de tipo tanque, el volumen de la etapa inferior a la etapa de alimentación (sin incluir la parte inferior del tanque y el rehervidor) en el caso de un reactor de tipo columna, o el volumen del destilador de película fina en el caso de un destilador de película fina).

10 No hay limitaciones concretas del reactor utilizado cuando se lleva a cabo la reacción, siempre que esté equipado con un condensador, y aunque puede utilizarse un reactor conocido, preferentemente se puede utilizar un reactor de tipo tanque y/o un reactor de tipo columna equipado con un condensador.

15 Como se ha descrito anteriormente, la reacción se lleva a cabo, preferentemente, en un sistema que tiene una fase gaseosa que contiene una composición hidroxilada, un compuesto que tiene grupos carbonilo derivados de un derivado del ácido carbónico y amoníaco producido como subproducto en la reacción y una fase líquida, en la que la reacción se lleva a cabo en condiciones tales que el contenido volumétrico de la fase líquida en el reactor sea igual o inferior al 50% y se selecciona un reactor que satisfaga estas condiciones para el reactor en el que se lleva a cabo la reacción. Más específicamente, los reactores convencionalmente conocidos pueden combinarse y utilizarse adecuadamente, ejemplos de los cuales pueden incluir un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación a presión reducida, un reactor de tipo columna, una columna de destilación, una columna de relleno o un destilador de película fina.

25 No hay limitaciones particulares sobre el tipo de condensador proporcionado en el reactor y se puede utilizar un condensador conocido. Por ejemplo, pueden combinarse y utilizarse adecuadamente condensadores conocidos convencionalmente, tales como, un condensador cilíndrico multitubular, un condensador de doble tubo, un condensador de tubo único o un condensador enfriado por aire. El condensador se puede proporcionar dentro del reactor o se proporciona fuera del reactor o puede estar conectado con el reactor por una línea, y se pueden emplear diversos tipos según las formas del reactor y el condensador, la manera en que se manipula el líquido condensado y similares.

30 No hay limitaciones particulares sobre los materiales del reactor y el condensador y se pueden utilizar materiales conocidos. Entre los ejemplos de materiales que se pueden utilizar se pueden incluir vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales de base revestidos de vidrio y materiales recubiertos de teflón (marca registrada). Los materiales, tales como, SUS304, SUS316 o SUS316L, son baratos y se pueden utilizar preferentemente. Según sea necesario se pueden añadir aparatos de proceso conocidos, tales como, un caudalímetro, un termómetro y otros instrumentos de medición o un rehervidor, una bomba o un condensador y similares, se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como, vapor o un calentador, para calentar y se puede utilizar un procedimiento conocido como enfriamiento por aire, un agua de refrigeración o una solución saturada de cloruro sódico para refrigeración. También se pueden añadir etapas si es necesario. Por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos que puedan ser concebidos por un experto o ingeniero con conocimientos ordinarios en la materia, tales como, una etapa de eliminación del amoníaco formado, una etapa de purificación de la amina primaria orgánica, una etapa de disolución de la urea en el compuesto hidroxilado aromático, una etapa de disolución del compuesto hidroxilado aromático, una etapa de separación del alcohol, una etapa de separación y/o purificación del compuesto hidroxilado aromático, una etapa de purificación del compuesto que tiene grupos ureido del líquido de reacción formado o una etapa de incineración o descarte de subproductos y similares.

45 El éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido por la reacción descrita anteriormente es un éster de O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (92) mencionada anteriormente en el caso de que se utilice un alcohol para el compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada. Además, el éster del ácido carbámico N-sustituido resultante es un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (-104-) mencionada anteriormente en el caso de que se utilice un compuesto hidroxilado aromático para el compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada.

55 <Condensación de los componentes gaseosos>

En la reacción, un gas que contiene la composición hidroxilada, el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico y amoníaco formado como subproducto en la reacción se introduce en el condensador y se condensan la totalidad o una parte de la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico (véase la figura 8).

60 En ese momento, el compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensada está en una relación estequiométrica de 1 o más basada en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico.

65 El "compuesto que contiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico" condensado en el

condensador en la presente realización se refiere a compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico utilizado en la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada, e incluyen el propio derivado del ácido carbónico utilizado como materia prima (sustancia sin reaccionar y/o la parte en exceso en el caso de utilización en exceso basándose en la amina orgánica), los compuestos resultantes de la reacción entre el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada y los compuestos resultantes de la reacción del mismo tipo o de diferentes tipos de derivados del ácido carbónico. Aunque es difícil identificar todos los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados de derivados del ácido carbónico, entre los ejemplos específicos de los mismos se pueden incluir compuestos de urea, tales como, ácido isocianico, urea, biurets o nuratos, ésteres del ácido carbámico en los que el grupo éster es un grupo derivado de la composición hidroxilada, ésteres del ácido carbámico en los que el grupo éster es un grupo derivado de la composición hidroxilada, y ésteres del ácido carbónico en los que el grupo éster es un grupo derivado de la composición hidroxilada. Los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico pueden cuantificarse mediante procedimientos en los que los grupos carbonilo contenidos en el compuesto se detectan mediante un procedimiento, tal como, espectroscopia de infrarrojos, espectroscopia en el infrarrojo cercano, espectroscopia de Raman o espectroscopia ultravioleta, o se pueden cuantificar mediante un procedimiento que analiza específicamente compuestos formados, tales como, cromatografía de gases, cromatografía de líquidos o RMN. Estos compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico tienen, frecuentemente, un punto de fusión alto y tienden a precipitar fácilmente. Entre los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico mencionado anteriormente, la urea, en particular, requiere la mayor precaución puesto que se forma en grandes cantidades (detectadas en grandes cantidades) y tiene un punto de fusión de 135°C.

Como resultado de hacer que la relación estequiométrica del compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensado sea 1 o más, basada en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en el procedimiento de condensación, se puede obtener una mezcla de los mismos en forma de una mezcla líquida homogénea en el condensador. Por lo tanto, esto no sólo facilita la manipulación de la mezcla, sino que también es posible evitar la aparición de problemas, tales como, la adhesión y acumulación de componentes sólidos en el condensador. Además, como se describirá más adelante, esto también es eficaz para reducir la cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco recuperado desde el condensador a igual o menos que una cantidad específica. La cantidad del compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensada basada en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en términos de la relación estequiométrica es, más preferentemente, 2 o más y, aún más preferentemente, 3 o más. Con el fin de asegurar que la cantidad del compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensada basada en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico está dentro de los intervalos anteriores, el condensador se mantiene, preferentemente, a una temperatura, como mínimo, 90°C más baja que el punto de ebullición estándar de la composición hidroxilada.

<Contenido del compuesto carbonilo en el amoníaco>

Aunque el amoníaco se recupera del condensador en forma de un gas, el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco está presente en una cantidad igual o inferior a una cantidad específica. Más específicamente, la relación entre el número entre grupos carbonilo (-C(=O)-) contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco y el número de moléculas de amoníaco es 1 o menos, preferentemente 0,5 o menos, más preferentemente 0,1 o menos y aún más preferentemente 0,02 o menos. La razón de la especificación de un intervalo específico para la cantidad del compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco es evitar la adhesión y la acumulación de componentes sólidos en una línea para la transferencia del amoníaco desde el condensador.

Aunque todos los componentes sólidos que se adhieren y se acumulan en la línea para transferir el amoníaco no se pueden identificar, como resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, se determinó que la mayoría eran compuestos que tienen grupos carbonilo. Aunque un posible procedimiento para evitar la adhesión y la acumulación de dichos componentes sólidos consiste en calentamiento de la línea para transferir el amoníaco para descomponer los compuestos que tienen grupos carbonilo, según los estudios realizados por los inventores de la presente invención, hay muchos casos en los que el calentamiento por sí solo causa la polimerización de los productos de descomposición (tales como, ácido isocianico) o la reacción con otros compuestos que tienen grupos carbonilo, lo que hace difícil evitar por completo la adherencia y la acumulación de componentes sólidos. Además, en el caso de simple calentamiento de la línea, se determinó que los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco y sus productos de descomposición se solidifican como resultado de su enfriamiento rápido a la salida de la línea para transferir amoníaco (tal como, la parte en contacto con la atmósfera), con lo que, con frecuencia, se produce una adhesión y acumulación importantes de los componentes sólidos. Como resultado de llevar a cabo estudios exhaustivos con respecto a este problema, los inventores de la presente invención descubrieron que el problema de la adherencia y la acumulación de componentes sólidos puede resolverse haciendo que la cantidad del compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en la amoníaco sea igual o menor que la cantidad específica

descrita anteriormente, lo que conduce a la realización de la presente invención. Aunque el mecanismo por el que se demuestra este efecto no está claro, los inventores de la presente invención supusieron que la adherencia y la acumulación en la línea están causadas por el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en sí, así como productos de descomposición y/o productos de polimerización del compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico, y que al hacer que la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico sea igual o menor que una concentración específica, la adhesión del compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en sí, así como las velocidades de reacción de la descomposición y/o la polimerización de dicho compuesto, se reducen considerablemente.

Entre los ejemplos del compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico se pueden incluir compuestos, tales como, urea o éster del ácido carbámico, definidos como los derivados del ácido carbónico mencionados anteriormente, los productos de reacción del ácido isociánico y los derivados del ácido carbónico formados por la descomposición térmica del ácido carbónico derivado en forma de compuestos, tales como, biurets y triurets (compuestos en el lado derecho de la fórmula (L) mencionada anteriormente), nuratós (compuestos en el lado derecho de la fórmula (K) mencionada anteriormente), y compuestos tales como, los productos de reacción de derivados del ácido carbónico y compuestos hidroxilados aromáticos en forma de ésteres del ácido carbónico. Aunque variable según las condiciones para la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido, se requiere precaución con respecto a la urea, al ácido isociánico, al éster del ácido carbámico y al éster del ácido carbónico entre los compuestos mencionados anteriormente, ya que se encuentran con frecuencia en el amoníaco y están presentes en grandes cantidades. Según estudios realizados por los inventores de la presente invención, si las cantidades de estos compuestos en el amoníaco se controlan para estar dentro de los intervalos preferentes descritos anteriormente, generalmente se puede controlar el problema de la adherencia y la acumulación de componentes sólidos en la línea de transferencia de amoníaco.

Los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco se pueden cuantificar por diversos procedimientos conocidos y se pueden utilizar procedimientos, tales como, cromatografía de gases, cromatografía de líquidos, RMN, espectroscopia en el infrarrojo cercano o espectroscopia ultravioleta. Más específicamente, estos compuestos se pueden medir mediante, por ejemplo, introducción del amoníaco en forma de gas directamente en un cromatógrafo de gases (tal como, mediante la conexión de la línea para la transferencia de amoníaco directamente a un cromatógrafo de gases y la inyección de amoníaco atrapado en una bolsa o recipiente para atrapar gas, tal como, una bolsa Tedlar en el cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases), o mediante la absorción de compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco con agua o un disolvente orgánico y similares, seguido de la medición por cromatografía de gases, cromatografía de líquidos, RMN, espectroscopia en el infrarrojo (cercano) o espectroscopia ultravioleta. Entre estos procedimientos, se realiza, preferentemente, un procedimiento en el que el amoníaco se introduce directamente en la forma de un gas en un cromatógrafo de gases equipado con un analizador de masas para identificar compuestos que tienen grupos carbonilo, y la suma total de los productos de las cantidades de compuestos que tienen grupos carbonilo y el número entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo se toma como la cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco.

Puesto que los compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en cantidades por debajo del límite de detección de los procedimientos indicados en el presente documento están presentes en concentraciones extremadamente bajas en el amoníaco, apenas hay casos en los que haya un efecto sobre la adherencia y acumulación de componentes sólidos en la línea de transferencia de amoníaco, lo que permite que no sean incluidos en la "cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico" y se ignoren.

<Reutilización de componentes condensados>

La mezcla de la composición hidroxilada aromática y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico condensado por el condensador como se ha descrito anteriormente se puede hacer circular dentro del reactor y reutilizar en la reacción entre el compuesto que tiene grupos ureido y la composición hidroxilada, se puede recuperar la mezcla y la composición hidroxilada y/o el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico se pueden reutilizar en la etapa (a), o la mezcla se puede reutilizar en la etapa de producción de un éster del ácido carbámico de la etapa (c).

En ese momento, la cantidad de amoníaco contenida en la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico es, preferentemente, de 5.000 ppm o menos. Aunque los componentes condensados pueden reutilizarse en la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada, incluso si el amoníaco está contenido en más de 5.000 ppm, ya que la reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada es una reacción de equilibrio como se ha descrito anteriormente, para que la reacción tenga lugar de manera eficiente, es necesario eliminar un producto de la misma en forma de la amoníaco fuera del sistema. Si una cantidad demasiado excesiva de amoníaco está contenida en la composición hidroxilada reutilizada y el compuesto que tiene grupos carbonilo



derivados del derivado del ácido carbónico, la cantidad de amoníaco extraída de la reacción aumenta, impidiendo de este modo que la concentración de amoníaco en el líquido de reacción disminuya al intervalo preferente (intervalo descrito anteriormente) como resultado de superar la cantidad de amoníaco que se puede extraer por unidad de tiempo (que depende de la capacidad del reactor para producir uretano) y produce una disminución en el rendimiento de éster del ácido carbámico N-sustituido. Por lo tanto, aunque es preferente que la cantidad de amoníaco contenida en la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico que se reutiliza en la reacción sea baja, la reducción de la cantidad de amoníaco a un nivel extremadamente bajo requiere un esfuerzo considerable. Desde este punto de vista, la cantidad de amoníaco contenida en la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico es, más preferentemente, 3.000 ppm o menos y, aún más preferentemente, 2.000 ppm o menos.

Como se ha descrito anteriormente, aunque diversos compuestos se pueden recuperar como compuestos que tienen grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico, la mezcla de la composición hidroxilada y el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico puede contener estos compuestos.

Por casualidad, el amoníaco se produce como subproducto en la etapa (c) descrita previamente y, según el caso, en la etapa (a), así como (en particular, cuando la urea se utiliza como derivado del ácido carbónico). Cuando se descarga este amoníaco, la relación entre el número entre grupos carbonilo (-C(=O)-) contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico contenido en el amoníaco y el número de moléculas de amoníaco es 1 o menos, preferentemente 0,5 o menos, más preferentemente 0,1 o menos y aún más preferentemente 0,02 o menos, desde el punto de vista de la prevención de la obstrucción de la línea de descarga de amoníaco de la misma manera que en la etapa (b).

Además, aunque una parte del disolvente de reacción y derivado del ácido carbónico de la etapa (a) y/o la etapa (c) en función de las condiciones de reacción, y una parte de la composición hidroxilada c en la etapa (c), pueden extraerse del sistema de reacción y recuperarse, estos compuestos también pueden reutilizarse en las etapas (a) y/o (c).

<Procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido utilizando una composición hidroxilada aromática que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos>

Aunque se ha dado a conocer una explicación de un procedimiento de producción de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición hidroxilada aromática que contiene una pluralidad de compuestos hidroxilados aromáticos, y, en particular, un tipo, o una pluralidad de tipos, de un compuesto hidroxilado aromático activo y un tipo, o una pluralidad de tipos, de un compuesto hidroxilado aromático inactivo para la composición hidroxilada aromática, en la etapa (A) mencionada anteriormente, también se puede producir éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en la etapa (b) mediante la utilización de una composición hidroxilada aromática que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos.

Como se ha descrito anteriormente, en el procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización, un gas que contiene la composición hidroxilada aromática y un compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico se condensa en un condensador con el fin de recuperar el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico en forma de una solución homogénea. En consecuencia, la composición hidroxilada aromática contiene, preferentemente, un compuesto hidroxilado aromático que se vaporiza fácilmente a un cierto grado en las condiciones de reacción. Por otra parte, puesto que el compuesto que tiene grupos ureido, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada aromática reaccionan, principalmente, en la fase líquida para formar un éster del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática contiene, preferentemente, un compuesto hidroxilado aromático que está presente como un líquido en las condiciones de reacción. Por lo tanto, una composición hidroxilada aromática que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos que tienen diferentes puntos de ebullición estándar se puede utilizar, preferentemente, para la composición hidroxilada aromática.

En este caso, hay muchos casos en los que, cuando cualquiera de la pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos que tienen diferentes puntos de ebullición estándar forma un éster del ácido carbámico N-sustituido mediante la reacción con el compuesto que tiene grupos ureido y el derivado del ácido carbónico, se forma una pluralidad de tipos de los compuestos hidroxilados aromáticos junto con isocianato durante la producción de isocianato mediante descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido, con lo que se produce la separación del complejo de compuestos hidroxilados aromáticos. Por lo tanto, un procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido derivado de un compuesto hidroxilado aromático activo con una selectividad elevada se realiza, preferentemente, mediante la utilización de una combinación de un compuesto hidroxilado aromático activo y un compuesto hidroxilado aromático inactivo. Por otra parte, si los compuestos hidroxilados aromáticos se seleccionan de tal manera que el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático activo sea el más alto en la composición hidroxilada aromática, la concentración del compuesto hidroxilado aromático activo aumenta en la fase líquida en la que la reacción de formación del éster del ácido carbámico N-sustituido tiene lugar, principalmente, haciendo por ello posible formar un éster del ácido carbámico N-sustituido

derivado del compuesto hidroxilado aromático activo con mayor selectividad. Un compuesto hidroxilado aromático inactivo que tiene un punto de ebullición estándar más bajo que el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático activo se introduce, preferentemente, en el condensador en forma de un componente de fase gaseosa y se condensa en el condensador junto con el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico. En el caso de la combinación de compuestos hidroxilados aromáticos que tienen diferentes puntos de ebullición estándar de esta manera, la diferencia de los puntos de ebullición estándar entre el compuesto hidroxilado aromático presente principalmente en la fase líquida y el compuesto hidroxilado aromático condensado en el condensador junto con el compuesto que tiene grupos carbonilo derivados del derivado del ácido carbónico es, preferentemente, 5°C o más y, más preferentemente, 10°C o más. En particular, es eficaz combinar compuestos hidroxilados aromáticos de tal manera que el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático activo sea, preferentemente, 5°C o más alto y, más preferentemente, 10°C o más alto que el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático de actividad baja.

La figura 9 muestra un dibujo conceptual de un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición hidroxilada aromática que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos como se ha descrito anteriormente (en el presente documento, en aras de la simplicidad de la explicación, se describe una composición hidroxilada aromática que contiene dos tipos de compuestos hidroxilados aromáticos que contienen un compuesto hidroxilado aromático activo y un compuesto hidroxilado aromático inactivo).

En el caso de utilizar una composición hidroxilada aromática que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilados aromáticos de esta manera, la cantidad del compuesto hidroxilado aromático activo con respecto a la cantidad del compuesto hidroxilado aromático inactivo en la composición hidroxilada aromática en términos de la relación estequiométrica es, preferentemente, de 0,01 a 100 veces, más preferentemente de 0,05 a 20 veces y, aún más preferentemente, de 0,1 a 10 veces.

<Etapa (Y): Etapa de transesterificación>

Aunque un éster del ácido carbámico N-sustituido producido según el procedimiento anterior (etapa (A) y/o la etapa (a) y etapa (b)) se utiliza, preferentemente, para producir isocianato mediante descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido, preferentemente se utiliza un éster del ácido carbámico N-sustituido utilizado en la producción de isocianato es un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Esto se debe a que un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido permite que se produzca una reacción de descomposición térmica más fácilmente que un éster de O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y demuestra una mayor tendencia a disolverse fácilmente en los correspondientes isocianato y compuesto hidroxilado aromático.

Aunque el éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido en el procedimiento de producción descrito anteriormente puede utilizarse para producir un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido o producir un éster de O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido dependiendo del tipo de composición hidroxilada utilizada, en el caso de obtener éster de O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido según el procedimiento de producción mencionado anteriormente, el éster de O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido se convierte en un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido que se descompone térmicamente más fácilmente según la siguiente etapa (Y), seguido de la utilización en una reacción de isocianato. Además, dado que esta etapa es una etapa de conversión entre el grupo éster del éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido, esta etapa se denomina también "etapa de transesterificación" en la presente realización.

Etapa (Y): una etapa en la que se hace reaccionar un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido con un compuesto hidroxilado aromático para producir un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido que tiene un grupo éster derivado del compuesto hidroxilado aromático.

Además, se forma un alcohol que se deriva del éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido en la etapa (Y). A continuación se da a conocer una explicación de la etapa (Y).

En el presente documento, el éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido se refiere a un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (92) mencionada anteriormente, un mono(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (120) siguiente que se describirá más adelante, o un poli(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (130) siguiente que se describirá más adelante.

Se puede utilizar cualquiera de los compuestos hidroxilados aromáticos representados por las fórmulas (46), (55), (56), (67), (70) o (79) mencionadas anteriormente para el compuesto hidroxilado aromático reaccionado. Además, el compuesto hidroxilado aromático se puede utilizar solo o se puede utilizar una pluralidad de tipos en combinación.

La etapa (Y) se puede llevar a cabo utilizando diversos procedimientos correspondientes a los compuestos utilizados con referencia a procedimientos conocidos (tal como, el documento WO 2008/059953).

Aunque variable según los compuestos que se hacen reaccionar, las condiciones de reacción de la etapa (Y) son tales que el compuesto hidroxilado aromático se utiliza basado en los grupos éster que componen el éster de O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido de materia prima en una relación estequiométrica dentro de un intervalo de 2 a 1.000. Aunque el compuesto hidroxilado aromático está, preferentemente, en exceso basándose en los grupos éster que componen el éster de O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido de materia prima para completar la reacción más rápidamente, teniendo en cuenta el tamaño del reactor, la relación estequiométrica de la misma está, preferentemente, dentro de un intervalo de 2 a 100 veces y, más preferentemente, dentro de un intervalo de 5 a 50 veces.

La temperatura de reacción está, generalmente, dentro de un intervalo de 100 a 300°C, y aunque es preferente una temperatura alta para aumentar la velocidad de reacción, puesto que hay casos en los que las reacciones secundarias se producen fácilmente a temperaturas altas, la temperatura de reacción está, preferentemente, dentro de un intervalo de 150 a 250°C. Un aparato de enfriamiento conocido o un aparato de calor pueden instalarse en el reactor para mantener una temperatura de reacción constante. Además, aunque variable según los tipos de compuestos utilizados y la temperatura de reacción, la reacción puede llevarse a cabo a presión reducida, a presión normal o a presión aumentada y, normalmente, a una presión de reacción dentro del intervalo de 20 a 1 x 10<sup>6</sup> Pa. No hay limitaciones concretas sobre el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de un procedimiento continuo) y, generalmente, es de 0,001 a 100 horas, preferentemente de 0,01 a 50 horas y, más preferentemente, de 0,1 a 30 horas. Además, la reacción puede terminarse después de confirmar que se ha formado una cantidad deseada del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido diana mediante obtención de muestras del líquido de reacción y determinación de la cantidad formada mediante cromatografía de líquidos, por ejemplo.

Aunque no se requiere necesariamente un catalizador en la etapa (Y), se puede utilizar un catalizador sin problema para reducir la temperatura de reacción o completar la reacción más rápidamente. El catalizador se utiliza del 0,01 al 30% en peso y, preferentemente, del 0,5 al 20% en peso basado en el peso del éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido. Entre los ejemplos de catalizadores se pueden incluir ácidos de Lewis, así como compuestos de metales de transición que forman un ácido de Lewis, compuestos orgánicos de estaño, metales entre el grupo del cobre, compuestos de metales entre el grupo del cinc o del hierro y, más específicamente, ácidos de Lewis y compuestos de metales de transición que forman un ácido de Lewis representado por AlX<sub>3</sub>, TiX<sub>3</sub>, TiX<sub>4</sub>, VOX<sub>3</sub>, VX<sub>5</sub>, ZnX<sub>2</sub>, FeX<sub>3</sub> o SnX<sub>4</sub> (donde X representa un halógeno, un grupo acetoxi, un grupo alcoxi o un grupo ariloxi); compuestos orgánicos de estaño representados por (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SnOCOCH<sub>3</sub>, (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>SnOCOC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, Bu<sub>3</sub>SnOCOCH<sub>3</sub>, Ph<sub>3</sub>SnOCOCH<sub>3</sub>, Bu<sub>2</sub>Sn(OCOCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Bu<sub>2</sub>Sn(OCOC<sub>11</sub>H<sub>23</sub>)<sub>2</sub>, Ph<sub>3</sub>SnOCH<sub>3</sub>, (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>SnOPh, Bu<sub>2</sub>Sn(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Bu<sub>2</sub>Sn(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, Bu<sub>2</sub>Sn(OPh)<sub>2</sub>, Ph<sub>2</sub>Sn(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>SnOH, PhSnOH, Bu<sub>2</sub>SnO, (C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>)<sub>2</sub>SnO, Bu<sub>2</sub>SnCl<sub>2</sub> o BuSnO(OH); compuestos metálicos de la familia del cobre representados por CuCl, CuCl<sub>2</sub>, CuBr, CuBr<sub>2</sub>, CuI, CuI<sub>2</sub>, Cu(OAc)<sub>2</sub>, Cu(acac)<sub>2</sub>, olefinato de cobre, Bu<sub>2</sub>Cu, (CH<sub>3</sub>O)<sub>2</sub>Cu, AgNO<sub>3</sub>, AgBr, picrato de plata o AgC<sub>6</sub>H<sub>6</sub>ClO<sub>4</sub>; compuestos de cinc representados por Zn(acac)<sub>2</sub>; y compuestos metálicos de la familia del hierro representados por Fe(C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>)(CO)<sub>5</sub>, Fe(CO)<sub>5</sub>, Fe(C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>)(CO)<sub>3</sub>, Co(mesitileno)<sub>2</sub>(PEt<sub>2</sub>Ph<sub>2</sub>), CoC<sub>5</sub>F<sub>5</sub>(CO)<sub>7</sub> o ferroceno. (En el listado anterior de ejemplos, Bu se refiere a un grupo butilo, Ph se refiere a un grupo fenilo, y acac se refiere a un ligando de quelato de acetil acetona.) Las aminas, tales como, 1,4-diazabicyclo [2,2,2] octano, trietilendiamina o trietilamina, son adecuadas para su utilización como catalizadores, siendo particularmente preferentes los catalizadores metálicos orgánicos, tales como, dilaurato de dibutilestaño, octoato ferroso u octoato estannoso. Estos compuestos se pueden utilizar solos o dos o más tipos pueden utilizarse como una mezcla.

Aunque la utilización de un disolvente de reacción no se requiere necesariamente en la presente realización, preferentemente se puede utilizar un disolvente inerte adecuado como disolvente de reacción con el fin de facilitar el procedimiento de reacción y similares, ejemplos de los cuales pueden incluir alcanos, tales como, hexano, heptano, octano, nonano o decano; hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos aromáticos sustituidos con alquilo, tales como, benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno o naftaleno; compuestos aromáticos sustituidos con un grupo halógeno o nitro, tales como, clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno o nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburo policíclicos, tales como, difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno o dibenciltolueno; hidrocarburos alifáticos, tales como, ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; cetonas, tales como, metiletilcetona o acetofenona; ésteres tales como, ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo o ftalato de bencilbutilo; éteres y tioéteres, tales como, éter de difenilo o sulfuro de difenilo; y sulfóxidos, tales como, dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido. Estos disolventes se pueden utilizar solos o dos o más tipos pueden utilizarse como una mezcla.

La reacción de transesterificación en la presente realización es una reacción de equilibrio. Por lo tanto, es preferente permitir que la reacción prosiga mientras se elimina del sistema de reacción un producto en forma de alcohol (alcohol derivado de la materia prima éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido) para llevar a cabo la transesterificación eficientemente. Por lo tanto, si se selecciona el compuesto hidroxilado aromático de tal manera que el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático utilizado en la transesterificación sea mayor que el punto de ebullición estándar del alcohol derivado del éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido materia prima, el compuesto que tiene el punto de ebullición estándar más bajo en el sistema de reacción se convierte en el alcohol derivado del éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido, lo que facilita la eliminación de productos del sistema de reacción.

Además, la transesterificación se lleva a cabo, preferentemente, mediante un procedimiento continuo para permitir que la transesterificación prosiga eficientemente. A saber, la materia prima éster de  $-O-R^2$  del ácido carbámico N-sustituido y el compuesto hidroxilado aromático se suministran continuamente a un reactor, se lleva a cabo la transesterificación, el alcohol derivado de la materia prima éster de  $-O-R^2$  del ácido carbámico N-sustituido que se forma se extrae del reactor y el líquido de reacción que contiene el éster de  $-O-Ar$  del ácido carbámico N-sustituido formado y el compuesto hidroxilado aromáticos se extraen de forma continua de la parte inferior del reactor.

Aunque el material del reactor y las líneas utilizadas para llevar a cabo la transesterificación pueden ser materiales conocidos siempre que no tengan un efecto prejudicial sobre las sustancias de partida y los reactivos, los materiales, tales como, SUS304, SUS316 o SUS316L, son baratos y pueden utilizarse preferentemente. Hay limitaciones concretas sobre el tipo de reactor y se puede utilizar un reactor de tipo tanque o de tipo columna conocido. Se utilizan diversos procedimientos conocidos para dicho reactor, ejemplos de los cuales pueden incluir los tipos que utilizan reactores que contienen un tanque de agitación, un tanque de agitación de múltiples etapas, una columna de destilación, una columna de destilación de múltiples etapas, un reactor multitubular, una columna de destilación continua de múltiples etapas, una columna de relleno, un rehervidor de película fina, un reactor provisto de un soporte en el interior, un reactor de circulación forzada, un rehervidor de película descendente, un rehervidor de gota descendente, un reactor de flujo lento o una columna de burbujas, y los tipos que utilizan combinaciones de los mismos. Los procedimientos que utilizan un rehervidor de película fina o un reactor de tipo columna son preferentes desde el punto de vista de desplazar eficientemente el equilibrio al lado de los productos, mientras que una estructura que tiene un área de contacto gas-líquido grande es preferente para poder transferir rápidamente el alcohol derivado del éster de  $-O-R^2$  del ácido carbámico N-sustituido de materia prima formado a la fase gaseosa.

Una columna de destilación de múltiples etapas se refiere a una columna de destilación que tiene múltiples etapas en las que el número de platos teóricos de la destilación es de 2 o más y se puede utilizar cualquier columna de destilación de múltiples etapas siempre que permita la destilación continua. Se puede utilizar cualquier columna de destilación de múltiples etapas para la columna de destilación de múltiples etapas siempre que se utilice normalmente como una columna de destilación de múltiples etapas, ejemplos de los cuales pueden incluir los tipos de columna de bandeja que utilizan una bandeja, tal como, una bandeja de burbuja, una bandeja de placa porosa, una bandeja de válvula o una bandeja de contracorriente y una columna de relleno y tipos de columna de relleno con diversos tipos de materiales de relleno, tales como, un anillo Raschig, un anillo Lessing, un anillo de polo, una silla dBerl, una silla de bloqueo, un relleno Dixon, un relleno McMahon, Helipack, un relleno Sulzer o Mellapak. Se puede utilizar cualquier columna de relleno, siempre que la columna se rellene con un material de relleno conocido como se ha descrito anteriormente. Por otra parte, preferentemente también se utiliza un tipo de columna de combinación de bandeja-compacta, que combina una parte de bandeja con una parte rellena con un material de relleno.

Una línea de suministro de gas inerte y/o disolvente inerte líquido desde la parte inferior del reactor puede estar unida, por separado, y en el caso de la mezcla del éster de  $-O-Ar$  del ácido carbámico N-sustituido diana y el compuesto hidroxilado aromático contiene el éster de  $-O-R^2$  del ácido carbámico N-sustituido de materia prima, una línea puede estar unida para la re-circulación de toda o una parte de la mezcla en el reactor. Además, en el caso de utilizar el disolvente inerte mencionado anteriormente, el disolvente inerte puede estar en forma de un gas y/o un líquido.

El componente gaseoso extraído del reactor que contiene alcohol derivado de la materia prima éster de  $-O-R^2$  del ácido carbámico N-sustituido se purifica, preferentemente, utilizando un procedimiento conocido, tal como, el que utiliza una columna de destilación, y se puede reutilizar como un alcohol de la etapa (A) y/o la etapa (a) y/o la etapa (b) y/o la etapa (c).

La figura 10 muestra un dibujo conceptual que representa la etapa (Y) y la reutilización de un alcohol formado en la etapa (Y).

<Etapa (Z): Utilización del amoníaco recuperado para la síntesis de urea>

En la presente realización, aunque el amoníaco descargado desde el condensador en la etapa (A) mencionada anteriormente, la etapa (a) y/o la etapa (b) y/o la etapa (c) se puede convertir en amoníaco acuoso absorbiendo agua y se puede utilizar en la producción de refrigerante del refrigerador de absorción, en la síntesis de urea se utilizan, preferentemente, detergentes a base de aceite para tejidos de lana, coagulantes de caucho crudo y diversos tipos de sales de amonio, el tratamiento de los óxidos de nitrógeno (NOx) generados en las centrales térmicas de generación de energía y similares, o la producción de emulsiones fotográficas, o se puede convertir en amoníaco líquido mediante un procedimiento, tal como, separación criogénica y se puede utilizar para materias primas fertilizantes de nitrógeno, las materias primas de fibra sintética (tales como, caprolactama o acrilonitrilo), el tratamiento de los óxidos de nitrógeno (NOx) generados en las centrales térmicas de generación de energía o los refrigerantes de refrigeración. A continuación se da a conocer una explicación de esta etapa de síntesis de urea (a la que se hace referencia como etapa (Z)).

Se puede utilizar un procedimiento conocido convencionalmente para producir urea mediante reacción de amoníaco

y dióxido de carbono, un ejemplo de los cuales contiene la reacción de amoníaco y dióxido de carbono a una presión dentro de un intervalo de 20 a 40 MPa y la temperatura dentro de un intervalo de 190 a 200°C, de modo que la relación entre el amoníaco y el dióxido de carbono está dentro de un intervalo de una relación estequiométrica de 3 a 5.

5 La urea producida por un procedimiento de este tipo puede utilizarse en la reacción de la etapa (a) o utilizarse como urea de la etapa (c).

10 La figura 11 muestra un dibujo conceptual que representa la etapa de síntesis de urea y la reutilización de la urea producida en la etapa de síntesis de urea

<Etapa (F): Producción de isocianato mediante reacción de descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido>

15 A continuación se da a conocer una explicación de la etapa (F).

La etapa (F) es una etapa de producción de isocianato mediante la aplicación de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido a una reacción de descomposición térmica.

20 Aunque el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido producido según el procedimiento descrito anteriormente se utiliza, preferentemente, para producir isocianato, el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se suministra, preferentemente, a un reactor de descomposición térmica (un "reactor de descomposición térmica" como se conoce en el presente documento indica el reactor en el que la etapa (F) se lleva a cabo) en forma de una composición para la transferencia y el almacenamiento del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido como se ha explicado anteriormente. Como resultado de suministrar en éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma de la composición para la transferencia y el almacenamiento, no solo se pueden inhibir las reacciones de desnaturalización térmica del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, sino que también se puede aumentar el rendimiento de isocianato.

30 La temperatura de reacción está, generalmente, dentro de un intervalo de 100 a 300°C, y aunque es preferente una temperatura alta para aumentar la velocidad de reacción, puesto que hay casos en los que las reacciones secundarias, como se ha descrito anteriormente, se producen fácilmente a temperaturas altas, debido al éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y/o isocianato, la temperatura de reacción está, preferentemente, dentro de un intervalo de 150 a 250°C. Un aparato de enfriamiento conocido o un aparato de calor pueden instalarse en el reactor para mantener una temperatura de reacción constante. Además, aunque variable según los tipos de compuestos utilizados y la temperatura de reacción, la reacción puede llevarse a cabo a presión reducida, a presión normal o a presión aumentada y, normalmente, a una presión de reacción dentro del intervalo de 20 a  $1 \times 10^6$  Pa. No hay limitaciones concretas sobre el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de un procedimiento continuo) y, generalmente, es de 0,001 a 100 horas, preferentemente de 0,005 a 50 horas y, más preferentemente, de 0,01 a 10 horas.

Aunque en la presente realización no se requiere necesariamente un catalizador, se puede utilizar un catalizador sin problema para reducir la temperatura de reacción o completar la reacción más rápidamente. El catalizador se utiliza del 0,01 al 30% en peso y, preferentemente, del 0,5 al 20% en peso basado en el peso del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. Entre los ejemplos de catalizadores se pueden incluir ácidos de Lewis, así como compuestos de metales de transición que forman un ácido de Lewis, compuestos orgánicos de estaño, metales entre el grupo del cobre, compuestos de metales entre el grupo del cinc o del hierro y, más específicamente, ácidos de Lewis y compuestos de metales de transición que forman un ácido de Lewis representado por  $AlX_3$ ,  $TiX_3$ ,  $TiX_4$ ,  $VOX_3$ ,  $VX_5$ ,  $ZnX_2$ ,  $FeX_3$  o  $SnX_4$  (donde X representa un halógeno, un grupo acetoxi, un grupo alcoxi o un grupo ariloxi); compuestos orgánicos de estaño representados por  $(CH_3)_3SnOCOCH_3$ ,  $(C_2H_5)_3SnOCOC_6H_5$ ,  $Bu_3SnOCOCH_3$ ,  $Ph_3SnOCOCH_3$ ,  $Bu_2Sn(OCOCH_3)_2$ ,  $Bu_2Sn(OCOC_{11}H_{23})_2$ ,  $Ph_3SnOCH_3$ ,  $(C_2H_5)_3SnOPh$ ,  $Bu_2Sn(OCH_3)_2$ ,  $Bu_2Sn(OC_2H_5)_2$ ,  $Bu_2Sn(OPh)_2$ ,  $Ph_2Sn(CH_3)_2$ ,  $(C_2H_5)_3SnOH$ ,  $PhSnOH$ ,  $Bu_2SnO$ ,  $(C_8H_{17})_2SnO$ ,  $Bu_2SnCl_2$  or  $BuSnO(OH)$ ; compuestos metálicos de la familia del cobre representados por  $CuCl$ ,  $CuCl_2$ ,  $CuBr$ ,  $CuBr_2$ ,  $CuI$ ,  $CuI_2$ ,  $Cu(OAc)_2$ ,  $Cu(acac)_2$ , olefinato de cobre,  $Bu_2Cu$ ,  $(CH_3O)_2Cu$ ,  $AgNO_3$ ,  $AgBr$ , picrato de plata o  $AgC_6H_6ClO_4$ ; compuestos de cinc representados por  $Zn(acac)_2$ ; y compuestos metálicos de la familia del hierro representados por  $Fe(C_{10}H_8)(CO)_5$ ,  $Fe(CO)_5$ ,  $Fe(C_4H_6)(CO)_3$ ,  $Co(mesitileno)_2(PET_2Ph_2)$ ,  $CoC_5F_5(CO)_7$  or ferroceno. (En el listado anterior de ejemplos, Bu se refiere a un grupo butilo, Ph se refiere a un grupo fenilo, y acac se refiere a un ligando de quelato de acetil acetona.) Las aminas, tales como, 1,4-diazabicyclo [2,2,2] octano, trietilendiamina o trietilamina, son adecuadas para su utilización como catalizadores, siendo particularmente preferentes los catalizadores metálicos orgánicos, tales como, dilaurato de dibutilestaño, octoato ferroso u octoato estannoso. Estos compuestos se pueden utilizar solos o dos o más tipos pueden utilizarse como una mezcla.

Además, en el caso de utilizar un catalizador en cualquiera de las etapas durante la producción del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, aunque el residuo del catalizador puede suministrarse a la etapa de descomposición térmica, la presencia de un residuo de catalizador de ese tipo no presenta un problema en muchos casos.

Aunque la utilización de un disolvente de reacción distinto del compuesto hidroxilado aromático no se requiere necesariamente en la etapa (F), preferentemente se puede utilizar un disolvente inerte adecuado como disolvente de reacción con el fin de facilitar el procedimiento de reacción y similares, ejemplos de los cuales pueden incluir alcanos, tales como, hexano, heptano, octano, nonano o decano; hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos aromáticos sustituidos con alquilo, tales como, benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno o naftaleno; compuestos aromáticos sustituidos con un grupo halógeno o nitro, tales como, clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno o nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburo policíclicos, tales como, difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno o dibenciltolueno; hidrocarburos alifáticos, tales como, ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; cetonas, tales como, metiletilcetona o acetofenona; ésteres tales como, ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo o ftalato de bencilbutilo; éteres y tioéteres, tales como, éter de difenilo o sulfuro de difenilo; y sulfóxidos, tales como, dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido; y aceites de silicona. Estos disolventes se pueden utilizar solos o dos o más tipos pueden utilizarse como una mezcla.

En el caso de haber almacenado un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido a una temperatura alta durante un largo período de tiempo, hay casos en los que se producen reacciones secundarias, tales como, una reacción por la que se forman compuestos que contienen enlaces de urea, mediante una reacción de descarboxilación de éster de dos moléculas de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, o una reacción mediante la cual se forman grupos alofanato mediante una reacción con isocianato formado por descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. De este modo, la cantidad de tiempo durante la cual el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y el isocianato se mantienen a temperatura alta es, preferentemente, lo más breve posible. De este modo, la reacción de descomposición térmica se lleva a cabo, preferentemente, en forma de un procedimiento continuo. Un procedimiento continuo se refiere a un procedimiento en el que una mezcla que contiene el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se suministra continuamente a un reactor, donde se somete a una reacción de descomposición térmica y el isocianato y el compuesto hidroxilado aromático formado se extraen continuamente del reactor de descomposición térmica. En este procedimiento continuo, los componentes de bajo punto de ebullición formados por descomposición térmica de uretano se recuperan, preferentemente, de la parte superior del reactor de descomposición térmica en forma de componentes de la fase gaseosa, mientras que el resto se recupera desde la parte inferior del reactor de descomposición térmica en forma de componentes de la fase líquida. Aunque todos los compuestos presentes en el reactor de descomposición térmica pueden recuperarse como componentes de la fase gaseosa, la presencia de componentes en fase líquida en el reactor de descomposición térmica tiene el efecto de disolver sustancias poliméricas formadas por reacciones secundarias causadas por el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y/o isocianato, evitando así la adhesión y la solidificación de las sustancias poliméricas en el reactor de descomposición térmica. Aunque el isocianato y el compuesto hidroxilado aromático se forman por descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, como mínimo, uno de estos compuestos se recupera en forma de un componente en fase gaseosa. El compuesto que se recupera como componente de la fase gaseosa depende de factores tales como, las condiciones de la reacción de descomposición térmica.

En este caso, aunque la expresión "componente de punto de ebullición bajo formado por descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido" utilizada en la presente realización es equivalente al compuesto hidroxilado aromático y/o isocianato formados por descomposición térmica del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, se refiere en particular a un compuesto que puede estar presente como un gas en las condiciones en las que se lleva a cabo la reacción de descomposición térmica.

Por ejemplo, se puede utilizar un procedimiento en el que el isocianato y el compuesto hidroxilado aromático formado por la reacción de descomposición térmica puedan recuperarse en forma de componentes de la fase gaseosa, mientras que se recupera un componente de la fase líquida que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. En este procedimiento, el isocianato y el compuesto hidroxilado aromático se pueden recuperar por separado en el reactor de descomposición térmica. El componente de la fase gaseosa recuperado que contiene isocianato se suministra, preferentemente, a un aparato de destilación para separar y purificar el isocianato en la fase gaseosa. Aunque el componente de la fase gaseosa recuperada que contiene isocianato puede suministrarse a un aparato de destilación después de convertirse a una fase líquida con un condensador y similares, hay muchos casos en los que el aparato se hace complejo y la cantidad de energía utilizada se hace grande, lo que hace que esto sea indeseable. En el caso en que el componente de la fase líquida contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la totalidad o una parte del componente de la fase líquida se suministra, preferentemente, a la parte superior del reactor de descomposición térmica en el que el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se somete, de nuevo, a una reacción de descomposición térmica. La parte superior del reactor de descomposición térmica a la que se hace referencia en el presente documento indica la parte dos o más etapas por encima de la parte inferior de la columna en términos del número de placas teóricas en el caso de que el reactor de descomposición térmica sea una columna de destilación, mientras que en el caso de que el reactor de descomposición térmica sea un destilador de película fina, indica la parte por encima de la parte de la superficie de transferencia calentada. Cuando se suministra todo o una parte del componente de la fase líquida a la parte superior del reactor de descomposición térmica, se transfiere el componente de la fase líquida mientras se mantiene a una temperatura de, preferentemente, 50 a 180°C, más preferentemente de 70 a 170°C e, incluso más preferentemente,

de 100 a 150°C.

Además, también se puede utilizar un procedimiento en el que, por ejemplo, el isocianato y el compuesto hidroxilado aromático formado por la reacción de descomposición térmica se recuperan en forma de componentes de la fase gaseosa, mientras que se recupera un componente de la fase líquida que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido de la parte inferior del reactor de descomposición térmica. En este procedimiento también, el componente gaseoso recuperado que contiene isocianato se suministra, preferentemente, a un aparato de destilación para separar y purificar el isocianato en la fase gaseosa. Por otro lado, la totalidad o una parte del componente de la fase líquida que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se suministra a la parte superior del reactor de descomposición térmica en el que el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se somete, de nuevo, a una reacción de descomposición térmica. Cuando se suministra todo o una parte del componente de la fase líquida a la parte superior del reactor de descomposición térmica, se transfiere el componente de la fase líquida mientras se mantiene a una temperatura de, preferentemente, 50 a 180°C, más preferentemente de 70 a 170°C e, incluso más preferentemente, de 100 a 150°C.

Además, también se puede utilizar un procedimiento en el que, por ejemplo, el compuesto hidroxilado aromático entre el isocianato y el compuesto hidroxilado aromático formado por la reacción de descomposición térmica se recupera en forma de un componente de la fase gaseosa, mientras que una mezcla que contiene el isocianato se recupera en forma de un componente en fase líquida desde la parte inferior del reactor de descomposición térmica. En este caso, el componente de la fase líquida se suministra a un aparato de destilación para recuperar el isocianato. En el caso de que el éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido esté contenido en el componente de la fase líquida, la totalidad o una parte de la mezcla que contiene un éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se suministra, preferentemente, a la parte superior del reactor de descomposición térmica y el éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se somete de nuevo a una reacción de descomposición térmica. Cuando se suministra todo o una parte del componente de la fase líquida al reactor de descomposición térmica, se transfiere el componente de la fase líquida mientras se mantiene a una temperatura de, preferentemente, 50 a 180°C, más preferentemente de 70 a 170°C e, incluso más preferentemente, de 100 a 150°C.

Aunque se ha descrito previamente, en la reacción de descomposición térmica, el componente de la fase líquida se recupera, preferentemente, desde la parte inferior del reactor de descomposición térmica. Esto se debe a que la presencia de un componente de la fase líquida en el reactor de descomposición térmica tiene el efecto de disolver sustancias poliméricas formadas mediante reacciones secundarias causadas por el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y/o isocianato, como se ha descrito anteriormente, permitiendo de este modo descargar las sustancias poliméricas del reactor de descomposición térmica y previniendo la adhesión y solidificación de las sustancias poliméricas en el reactor de descomposición térmica.

En el caso en que el componente de la fase líquida contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, aunque la totalidad o una parte del componente de la fase líquida se suministra, preferentemente, a la parte superior del reactor de descomposición térmica en el que el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se somete, de nuevo, a una reacción de descomposición térmica, los subproductos poliméricos pueden acumularse en el componente de la fase líquida si esta etapa se repite. En este caso, la totalidad o una parte del componente de la fase líquida se puede eliminar del sistema de reacción o mantenerse en una concentración fija para reducir la acumulación de subproductos poliméricos. Aunque el componente de la fase líquida eliminado del sistema de reacción contiene frecuentemente un compuesto hidroxilado aromático, el compuesto hidroxilado aromático puede recuperarse del componente de la fase líquida mediante un procedimiento, tal como, destilación, y reutilizarse en la etapa (A) y/o la etapa (a) y/o la etapa (b) y/o la etapa (c) y/o la etapa (Y).

El isocianato recuperado puede contener un compuesto hidroxilado aromático y similares dependiendo de las condiciones de reacción, las condiciones en las cuales se recupera el isocianato, el aparato de reacción y similares. En dichos casos, se puede obtener una pureza deseada de isocianato mediante la realización adicional de destilación u otro procedimiento.

El isocianato producido de esta manera contiene, preferentemente, de 1 a 1.000 ppm de compuesto hidroxilado aromático presente junto con isocianato en el reactor de descomposición térmica basado en la cantidad de isocianato.

En general, aunque el isocianato tiene la propiedad de amarillear fácilmente, con frecuencia se añade como aditivo un compuesto hidroxilado aromático, y en particular 2,6-(di-terc-butil)-p-cresol (BHT), que tiene sustituyentes que tienen acción de impedimento estérico en las posiciones orto de un grupo hidroxilo aromático. Los estabilizantes convencionales están en forma de una composición de isocianato como consecuencia de que se añaden después de la producción de isocianato. Los inventores de la presente invención descubrieron que, mediante el ajuste de las condiciones en las que se recupera isocianato, las condiciones de reacción, el aparato de reacción y similares durante la producción de isocianato utilizando el procedimiento descrito anteriormente, un isocianato que contiene un compuesto hidroxilado aromático, y en particular un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (56) mencionada anteriormente, junto con isocianato en el reactor de descomposición térmica en una cantidad dentro del intervalo mencionado anteriormente es eficaz en la prevención de colorante en particular. En el pasado,

se consideró que los compuestos hidroxilados aromáticos que tienen sustituyentes que tienen acción de impedimento estérico en ambas posiciones orto entre el grupo hidroxilo aromático son eficaces como estabilizantes, y, por lo tanto, es sorprendente que un compuesto hidroxilado aromático formado en la etapa de producción de isocianato de la presente realización (un compuesto hidroxilado aromático que no tiene sustituyentes que tienen acción de impedimento estérico en ambas posiciones orto entre el grupo hidroxilo aromático como el representado por la fórmula (56) mencionada anteriormente (56)) demuestra tal efecto. Además, también es sorprendente que haya muchos casos en los que no se obtiene un efecto simplemente mediante la adición de un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (56) mencionada anteriormente a un isocianato.

Aunque no hay limitaciones particulares sobre el tipo de reactor de descomposición térmica, preferentemente se utiliza un aparato de destilación conocido con el fin de recuperar de manera eficiente los componentes de fase gaseosa. Se utilizan diversos procedimientos conocidos para dicho recipiente de reacción, ejemplos de los cuales pueden incluir los tipos que utilizan recipientes de reacción que contienen una columna de destilación, una columna de destilación de múltiples etapas, un reactor multitubular, una columna de destilación continua de múltiples etapas, una columna de relleno, un rehervidor de película fina, un reactor provisto de un soporte en el interior, un reactor de circulación forzada, un rehervidor de película descendente o un rehervidor de gota descendente, y los tipos que utilizan combinaciones de los mismos. Desde el punto de vista de la eliminación rápida de los componentes de punto de ebullición bajo del sistema de reacción, es preferente un procedimiento que utiliza un reactor tubular, mientras que es más preferente un procedimiento que utiliza un reactor tal como, un rehervidor tubular de película fina o un rehervidor tubular de película descendente, y es preferente una estructura que tiene una área de contacto gas-líquido grande para poder de transferir rápidamente a la fase gaseosa los componentes de punto de ebullición bajo formados.

Aunque se puede utilizar un material conocido como material del reactor de descomposición térmica y las líneas siempre que no tengan un efecto perjudicial sobre el uretano o productos en forma del compuesto hidroxilado aromático y el isocianato, SUS304, SUS316 o SUS316L son baratos y pueden utilizarse preferentemente.

Cada uno de los compuestos hidroxilados aromáticos contenidos en los componentes de la fase gaseosa y/o componente de la fase líquida obtenida en la reacción de descomposición térmica como se ha descrito anteriormente pueden separarse, recuperarse y reutilizarse. Más específicamente, los compuestos hidroxilados aromáticos se pueden reutilizar como compuestos hidroxilados aromáticos utilizados en la etapa (A) y/o la etapa (a) y/o la etapa (b) y/o la etapa (c) y/o la etapa (Y).

La figura 12 muestra un dibujo conceptual que representa la etapa (F) y la reutilización del compuesto hidroxilado aromático formado en la etapa (F).

<Limpieza del reactor>

Hay casos en los cuales se pueden formar productos de reacciones secundarias poliméricos, aunque en pequeñas cantidades, en la producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y la producción de isocianato utilizando el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización. Dado que estos productos de reacciones secundarias poliméricos tienen una solubilidad alta con respecto a los compuestos hidroxilados aromáticos utilizados en la presente realización, se eliminan del reactor en forma de una solución de los compuestos hidroxilados aromáticos. Sin embargo, en los casos de las fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento del aparato de reacción o casos de funcionamiento a largo plazo, los productos de reacciones secundarias poliméricos pueden adherirse al reactor.

En dichos casos, el interior (y en particular las paredes internas) del reactor se pueden limpiar con un ácido que es un buen disolvente de los productos de reacciones secundarias poliméricos para mantener limpio el interior del reactor.

No hay limitaciones particulares sobre el ácido de limpieza siempre que disuelva los productos de reacciones secundarias poliméricos y, aunque se pueden utilizar tanto ácidos orgánicos como ácidos inorgánicos, se utilizan preferentemente ácidos orgánicos. Aunque entre los ejemplos de los ácidos orgánicos que se pueden utilizar se pueden incluir ácido carboxílico, ácido sulfónico, ácido sulfínico, fenoles, enoles, tiofenoles, imidas, oximas y sulfonamidas aromáticas, preferentemente se utilizan ácido carboxílico y fenoles. Entre los ejemplos de dichos compuestos se pueden incluir compuestos de los ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como, ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butiérico, ácido isobutiérico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico, ácido hexanoico, ácido isocaproico, ácido 2-etilbutanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido dodecanoico, ácido tetradecanoico, ácido hexadecanoico, ácido acrílico, ácido crótico, ácido isocrótico, ácido vinilacético, ácido metacrílico, ácido angélico, ácido tíglico, acetato de arilo o ácido undecenoico; ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como, ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido heptanodioico, ácido octanodioico, ácido nonanodioico, ácido decanodioico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido metilmaleico, ácido metilfumárico, ácido pentenodioico, ácido itacónico o ácido alilmalónico; compuestos de los ácidos tricarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como, ácido 1,2,3-propanotricarboxílico, ácido 1,2,3-



propanoicarbónico o ácido 2,3-dimetilbutano-1,2,3-tricarboxílico; compuestos de los ácidos carboxílicos aromáticos, tales como, ácido benzoico, ácido metilbenzoico, ácido etilbenzoico, ácido propilbenzoico, ácido dimetilbenzoico o ácido trimetilbenzoico; compuestos aromáticos de los ácidos dicarboxílicos, tales como, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico o ácido metilisoftálico; compuestos aromáticos de los ácidos tricarbónicos, tales como, ácido hemimelítico, ácido trimelítico o ácido trimésico; fenol; fenoles mono-sustituídos, tales como, metilfenol, etilfenol, propilfenol, butilfenol, pentilfenol, hexilfenol, heptilfenol, octilfenol, nonilfenol, decilfenol, dodecilfenol, fenilfenol, fenoxifenol o cumilfenol; y fenoles disustituídos, tales como, dimetilfenol, dimetilfenol, dipropilfenol, dibutilfenol, dipentilfenol, dihexilfenol, diheptilfenol, dioctilfenol, dinonilfenol, didecilfenol, didodecilfenol, difenilfenol, difenoxifenol o dicumilfenol. Considerando los efectos en el caso del disolvente de limpieza que queda después de la limpieza del reactor de descomposición térmica, entre los ejemplos más preferentes de estos ácidos orgánicos se pueden incluir compuestos hidroxilados aromáticos, mientras que ejemplos incluso más preferentes pueden incluir compuestos de los mismos tipos que los compuestos hidroxilados aromáticos formados en el procedimiento de producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituído y/o la reacción de descomposición térmica del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituído de la presente realización.

Además, en el caso de utilizar un compuesto hidroxilado aromático para el ácido de limpieza, el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático tiene, preferentemente, una diferencia en el punto de ebullición de 10°C o más con respecto al punto de ebullición estándar del isocianato formado por la reacción de descomposición térmica del éster de -Ar-O del ácido carbámico N-sustituído descrito anteriormente desde el punto de vista de los efectos de limpieza.

Se pueden utilizar diversos procedimientos para limpiar el reactor mediante el disolvente de limpieza mencionado anteriormente, ejemplos de los cuales pueden incluir un procedimiento en el que el reactor se limpia mediante la introducción del disolvente de limpieza desde la parte superior del reactor, y un procedimiento en el que el interior del reactor se limpia mediante la introducción del agente de limpieza en la parte inferior del reactor y, después, el reactivo de limpieza hacia arriba a través del reactor.

No es necesario llevar a cabo el procedimiento de limpieza cada vez que la reacción se lleva a cabo, sino que más bien se puede determinar arbitrariamente según los compuestos utilizados, la velocidad de operación y similares, y el procedimiento de limpieza se lleva a cabo, preferentemente una vez cada 1 a 20.000 horas de tiempo de funcionamiento, más preferentemente de una vez cada día a cada año de tiempo de funcionamiento, e incluso más preferentemente de una vez cada mes a cada año de tiempo de funcionamiento. El reactor puede estar equipado con una línea para introducir el agente de limpieza.

<Ejemplo de aspectos preferentes>

Anteriormente se ha dado a conocer una explicación de un procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituído, una composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster del ácido carbámico N-sustituído y un procedimiento de producción de isocianato utilizando el éster del ácido carbámico N-sustituído. Como se ha indicado anteriormente, el procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituído puede llevarse a cabo diversamente mediante combinación de las etapas mencionadas anteriormente en diversas formas. A continuación se da a conocer una explicación de los aspectos particularmente preferentes de estas diversas combinaciones. Además, el procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituído, la composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster del ácido carbámico N-sustituído y el procedimiento de producción de isocianato utilizando el éster del ácido carbámico N-sustituído no se limitan a los procedimientos explicados en el presente documento.

<Aspecto preferente (I)>

Un aspecto preferente (I) se indica primero en forma de un procedimiento para producir isocianato utilizando urea como un derivado del ácido carbónico, utilizando una composición hidroxilada aromática que contiene un compuesto hidroxilado aromático activo y un compuesto hidroxilado aromático de baja actividad (que tiene un punto de ebullición estándar inferior al punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático activo) y produciendo isocianato a partir de una amina orgánica, la urea y la composición hidroxilada aromática, pasando a través de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituído. La figura 13 muestra un dibujo conceptual que representa el aspecto preferente (I).

En primer lugar, en la etapa (A), la amina orgánica, la urea y la composición hidroxilada aromática se hacen reaccionar para obtener un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituído. En la etapa (A), se hace reaccionar una mezcla de la amina orgánica, urea y la composición hidroxilada aromática introduciéndola en un reactor de producción de uretano para llevar a cabo la reacción de la etapa (A). El amoníaco formado como subproducto de esta reacción se introduce en un condensador proporcionado en el reactor de producción de uretano junto con la urea sin reaccionar o en exceso, el compuesto hidroxilado aromático de baja actividad (que también puede contener el compuesto hidroxilado aromático activo) y similares, la urea y el compuesto hidroxilado aromático de baja actividad (que puede contener el compuesto hidroxilado aromático activo) y similares se condensan en el condensador y el amoníaco se extrae en forma de gas. La urea y el compuesto hidroxilado aromático de baja

actividad (que puede contener el compuesto hidroxilado aromático activo) condensados en el condensador se reutilizan como materias primas para llevar a cabo la etapa (A). Por otra parte, en la etapa (Z) se utiliza el amoníaco extraído en forma de gas y la urea producida en la etapa (Z) se reutiliza como materia prima para llevar a cabo la etapa (A). Una mezcla que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y la composición hidroxilada aromática se recuperan del reactor de producción de uretano en forma de un componente de la fase líquida. La mezcla puede ser una composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización dependiendo de las materias primas utilizadas, las relaciones compuestas de las materias primas, las condiciones de reacción y similares.

La etapa posterior (F) se lleva a cabo utilizando la mezcla obtenida en la etapa (A). La etapa (F) es una etapa de producir un correspondiente isocianato y compuesto hidroxilado aromático mediante una reacción de descomposición térmica de un éster del ácido carbámico N-sustituido, y se obtiene isocianato en esta etapa (F). En la etapa (F), el compuesto hidroxilado aromático separado del isocianato se reutiliza como materia prima para llevar a cabo la etapa (A).

<Aspecto preferente (II)>

A continuación, un aspecto preferente (II) se indica primero en forma de un procedimiento para producir isocianato produciendo un éster del ácido carbámico a partir de una composición hidroxilada aromática que contiene un compuesto hidroxilado aromático activo y un compuesto hidroxilado aromático de baja actividad (que tiene un punto de ebullición estándar inferior al punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático activo) y urea, utilizando el éster del ácido carbámico como un derivado del ácido carbónico y produciendo isocianato a partir de una amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada aromática, pasando por un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. La figura 14 muestra un dibujo conceptual que representa el aspecto preferente (II).

En primer lugar, en la etapa (c), la urea y la composición hidroxilada aromática se hacen reaccionar para producir un éster del ácido carbámico no N-sustituido. En la etapa (Z) se utiliza amoníaco formado como subproducto de la reacción de la urea y la composición hidroxilada aromática. Si se utiliza un gran exceso de la composición hidroxilada aromática en la etapa (c), el líquido de reacción obtenido en la etapa (c) es una mezcla que contiene la composición hidroxilada aromática y un éster del ácido carbámico (que también puede contener urea sin reaccionar) y esto se puede utilizar tal cual en la reacción de la etapa (a). A continuación se indica un ejemplo del caso de haber utilizado un gran exceso de la composición hidroxilada aromática en la etapa (c).

En la etapa (a), el éster del ácido carbámico obtenido en la etapa (c) se hace reaccionar con amina orgánica para obtener un compuesto que tiene grupos ureido. En el caso de que en la etapa (c) se utilice un gran exceso de composición hidroxilada aromática basada en la urea para obtener una mezcla que contiene una composición hidroxilada aromática y un éster del ácido carbámico como líquido de reacción de la etapa (c) (que también puede contener urea sin reaccionar), la etapa (a) puede llevarse a cabo mediante un procedimiento que contiene la adición de amina orgánica al líquido de reacción, y se obtiene un líquido de reacción que contiene el compuesto que tiene grupos ureido, la composición hidroxilada aromática y el éster del ácido carbámico sin reaccionar.

A continuación, el líquido de reacción obtenido en la etapa (a) se introduce en un reactor de producción de uretano para llevar a cabo la etapa (b) y se deja que reaccione el compuesto que tiene grupos ureido y la composición hidroxilada aromática. El amoníaco formado como subproducto de esta reacción se introduce en un condensador proporcionado en el reactor de producción de uretano junto con el éster del ácido carbámico sin reaccionar o en exceso, el compuesto hidroxilado aromático de baja actividad (que puede contener el compuesto hidroxilado aromático activo) y similares, el éster del ácido carbámico y el compuesto hidroxilado aromático de baja actividad (que puede contener el compuesto hidroxilado aromático activo) y similares se condensan en el condensador y el amoníaco se extrae en forma de gas. El éster del ácido carbámico y el compuesto hidroxilado aromático de baja actividad (que puede contener el compuesto hidroxilado aromático activo) y similares condensados en el condensador se reutilizan como materias primas para llevar a cabo la etapa (A). Por otro lado, en la etapa (Z) se utiliza el amoníaco extraído en forma de gas, junto con el amoníaco obtenido en la etapa (c). La urea producida en la etapa (Z) se reutiliza como materia prima para llevar a cabo la etapa (c). Una mezcla compuesta por un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y la composición hidroxilada aromática se recuperan del reactor de producción de uretano en forma de un componente de la fase líquida. Esta mezcla puede ser la composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización, dependiendo de las materias primas utilizadas, las relaciones compuestas de las materias primas, las condiciones de reacción y similares.

La etapa posterior (F) se lleva a cabo utilizando la mezcla obtenida en la etapa (b). La etapa (F) es una etapa de producir un correspondiente isocianato y compuesto hidroxilado aromático mediante una reacción de descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, y se obtiene isocianato en la etapa (F). En la etapa (F), el compuesto hidroxilado aromático separado del isocianato se reutiliza como materia prima para llevar a cabo la etapa (c).

## &lt;Aspecto preferente (III)&gt;

5 A continuación, se indica un aspecto preferente (III) en forma de un procedimiento para producir Isocianato a partir de una composición hidroxilada compuesta por un alcohol, urea y amina orgánica pasando por el éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. La figura 15 muestra un dibujo conceptual que representa el aspecto preferente (III).

10 En primer lugar, en la etapa (A) se introduce una amina orgánica, urea y composición hidroxilada que contiene un alcohol en un reactor de producción de uretano para llevar a cabo la reacción de la etapa (a) para producir un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido. El amoníaco formado como subproducto de la reacción se introduce en un condensador proporcionado en el reactor de producción de uretano junto con urea sin reaccionar o en exceso, alcohol y similares, se condensan en el condensador la urea, el alcohol y similares y el amoníaco se extrae en forma de gas. La urea, el alcohol y similares condensados en el condensador se reutilizan como materias primas de la etapa (A). Por otra parte, el amoníaco extraído en forma de gas se utiliza en la etapa (Z). La urea producida en la etapa (Z) se reutiliza como materia prima de la etapa (A). Una mezcla que contiene un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y el alcohol se obtiene del reactor de producción de uretano. Una composición hidroxilada aromática se añade a la mezcla y se utiliza como líquido de materia prima de la etapa (Y).

20 En la etapa (Y), se hacen reaccionar el éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y la composición hidroxilada aromática para producir un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. El alcohol formado en la reacción se separa del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y se recupera junto con el alcohol contenido en el líquido de materia prima de la etapa (Y) y, a continuación, se reutiliza como materias primas de la etapa (A). El otro producto en forma del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se recupera en forma de una mezcla con la composición hidroxilada aromática. Esta mezcla puede ser una composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido de dependiendo de las materias primas utilizadas, las relaciones compuestas de las materias primas, las condiciones de reacción y similares.

25 La etapa posterior (F) se lleva a cabo utilizando la mezcla obtenida en la etapa (Y). La etapa (F) es una etapa de producir un correspondiente isocianato y compuesto hidroxilado aromático mediante una reacción de descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, y se obtiene isocianato en la etapa (F). En la etapa (F), el compuesto hidroxilado aromático separado del isocianato se reutiliza como materia prima de la etapa (A).

## 35 &lt;Aspecto preferente (IV)&gt;

A continuación, se indica un aspecto preferente (IV) en forma de un procedimiento para producir isocianato mediante la producción de un éster del ácido carbámico a partir de una composición hidroxilada que contiene alcohol y urea, utilizando el éster del ácido carbámico como un derivado del ácido carbónico y produciendo el isocianato a partir de una amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada aromática pasando a través de un compuesto que tiene grupos ureido y éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. La figura 16 muestra un dibujo conceptual que representa el aspecto preferente (IV).

45 En primer lugar, en la etapa (c), la urea y una composición hidroxilada que contiene alcohol se hacen reaccionar para producir un éster del ácido carbámico no N-sustituido. En la etapa (Z) se utiliza el amoníaco formado como subproducto de la reacción entre la urea y la composición hidroxilada que contiene alcohol. Si se utiliza un gran exceso de la composición hidroxilada en la etapa (c), el líquido de reacción obtenido en la etapa (c) es una mezcla que contiene la composición hidroxilada y éster del ácido carbámico (que también puede contener urea sin reaccionar) y se puede utilizar tal cual en la reacción de la etapa (a).

50 En la etapa (a), el éster del ácido carbámico obtenido en la etapa (c) se hace reaccionar con una amina orgánica para obtener un compuesto que tiene grupos ureido. En el caso de que en la etapa (c) se utilice un gran exceso de composición hidroxilada aromática basada en la urea para obtener una mezcla que contiene una composición hidroxilada y un éster del ácido carbámico como líquido de reacción de la etapa (c) (que también puede contener urea sin reaccionar), la etapa (a) puede llevarse a cabo mediante un procedimiento que contiene la adición de amina orgánica al líquido de reacción, y se obtiene un líquido de reacción que contiene el compuesto que tiene grupos ureido, alcohol y éster del ácido carbámico sin reaccionar, y similares.

60 A continuación, al líquido de reacción obtenido en la etapa (a) se añade un compuesto hidroxilado aromático (preferentemente un compuesto hidroxilado aromático activo que tiene un punto de ebullición estándar más alto que el punto de ebullición estándar del alcohol) para obtener una mezcla, esta mezcla se introduce en un reactor de producción de uretano para llevar a cabo la etapa (b) y se dejan reaccionar el compuesto que tiene grupos ureido y el compuesto hidroxilado aromático. El amoníaco formado como subproducto de esta reacción se introduce en un condensador proporcionado en el reactor de producción de uretano junto con un éster del ácido carbámico sin reaccionar o en exceso, la composición hidroxilada que contiene alcohol (que puede contener un compuesto hidroxilado aromático) y similares, el éster del ácido carbámico y el compuesto hidroxilado que contiene alcohol (que puede contener un compuesto hidroxilado aromático) y similares se condensan en el condensador y el amoníaco se

extrae en forma de gas. El éster del ácido carbámico y el compuesto hidroxilado que contiene alcohol y similares condensados en el condensador se reutilizan como materias primas de la etapa (c). Por otro lado, en la etapa (Z) se utiliza el amoníaco extraído en forma de gas, junto con el amoníaco obtenido en la etapa (c). La urea producida en la etapa (Z) se reutiliza como materia prima de la etapa (c). Una mezcla que contiene un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido y el compuesto hidroxilado aromático se recuperan del reactor de producción de uretano en forma de un componente de la fase líquida. Esta mezcla puede ser la composición para la transferencia y el almacenamiento de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización, dependiendo de las materias primas utilizadas, las relaciones compuestas de las materias primas, las condiciones de reacción y similares.

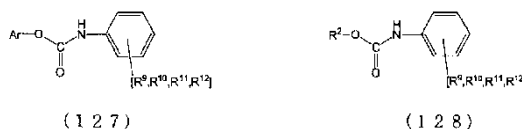
La etapa posterior (F) se lleva a cabo utilizando la mezcla obtenida en la etapa (b). La etapa (F) es una etapa de producir un correspondiente isocianato y compuesto hidroxilado aromático mediante una reacción de descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, y se obtiene isocianato en la etapa (F). El compuesto hidroxilado aromático separado del isocianato en la etapa (F) se reutiliza como un compuesto hidroxilado aromático añadido al líquido de reacción obtenido en la etapa (a).

<Caso de utilización de monoamina orgánica>

Etapa (X): Condensación de mono(éster de -O-(Ar y/o R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido

A continuación se da a conocer una explicación del caso de utilización de una monoamina orgánica representada por la fórmula (39) mencionada anteriormente para la amina orgánica en particular. Un mono(éster de -O-(Ar y/o R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido se refiere a un mono-éster O-arílico del ácido carbámico N-sustituido y/o un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y representan, respectivamente, un éster -O- del ácido carbámico N-sustituido que tiene un único grupo éster de -O-arilo del ácido carbámico y/o un único grupo éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico en una molécula de los mismos.

La etapa (A) mencionada anteriormente o las etapas (a) y (b) mencionadas anteriormente pueden llevarse a cabo utilizando una monoamina orgánica representada por la fórmula (39) de la misma manera que otras aminas orgánicas. En el caso de que un compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada utilizada en la reacción con la monoamina orgánica sea un compuesto hidroxilado aromático, se produce un mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (127) siguiente, mientras que en el caso de que un compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada sea un compuesto hidroxilado aromático, se produce un mono(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (128) siguiente:



(en las que

los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup>, respectiva e independientemente, pueden sustituir el anillo aromático, los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> pueden unirse para formar un anillo con el anillo aromático y, respectiva e independientemente, representan átomos de hidrógeno o grupos compuestos por grupos en los que un grupo alquilo, grupo cicloalquilo, grupo arilo o grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está unido por enlaces hidrocarbonados saturados y/o enlaces éter,

R<sup>2</sup> representa un grupo derivado de un alcohol que es un residuo en el que se ha eliminado del alcohol un único grupo hidroxilo unido a un átomo de carbono saturado del alcohol, y

Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha eliminado del compuesto hidroxilado aromático un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto hidroxilado aromático).

Además, aunque la expresión "mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido" se ha utilizado en el presente documento, ésta se refiere a un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido que tiene un único grupo éster del ácido carbámico de entre los ésteres de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. En la explicación siguiente, aunque hay casos en los que se utiliza la expresión "poli(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido" además de la expresión "mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido", se refiere a un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido que tiene un número entero entre grupos éster del ácido carbámico de 2 o más de entre ésteres de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

De forma similar, la expresión "mono(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido", se refiere a un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido que tiene un único grupo éster del ácido carbámico, mientras que la expresión "poli(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido" se refiere a un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido que tiene un número entero entre grupos éster del ácido carbámico de 2 o más de entre ésteres de

-O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

Además, un mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido y un mono(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido puede simplemente denominarse colectivamente monoéster del ácido carbámico N-sustituido. De forma similar, un poli(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido y un poli(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido puede simplemente denominarse colectivamente poliéster del ácido carbámico N-sustituido.

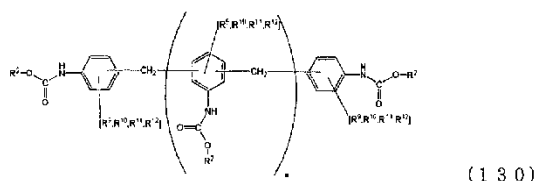
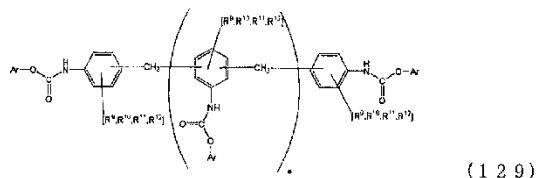
Aunque los monoésteres del ácido carbámico N-sustituido representados por las fórmulas (127) y (128) mencionadas anteriormente se pueden aplicar directamente a una reacción de descomposición térmica para producir monoisocianato, cuando se considera que las aplicaciones típicas de isocyanatos son para pinturas y poliuretano, el isocianato es, preferentemente, un isocianato polifuncional. Por lo tanto, un ejemplo preferente de un procedimiento para producir isocianato polifuncional a partir de monoéster del ácido carbámico N-sustituido contiene polimerizar el monoéster del ácido carbámico N-sustituido de antemano para obtener un poliéster del ácido carbámico N-sustituido, seguido de la aplicación del poliéster del ácido carbámico N-sustituido a una reacción de descomposición térmica para obtener isocianato polifuncional.

La etapa (X) siguiente puede llevarse a cabo como procedimiento para polimerizar el monoéster del ácido carbámico N-sustituido:

Etapa (X): el monoéster del ácido carbámico N-sustituido se hace reaccionar con un agente de metilación y grupos aromáticos derivados de una monoamina orgánica contenida en el monoéster del ácido carbámico N-sustituido se reticulán con grupos metileno (-CH<sub>2</sub>-) para obtener poliéster del ácido carbámico N-sustituido.

La figura 17 muestra un dibujo conceptual de la etapa (X).

La etapa (X) se puede llevar a cabo de la misma manera si el monoéster del ácido carbámico N-sustituido es un mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido o un mono(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido. Un poli(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (129) siguiente se obtiene a partir de un mono(éster de -O-Ar-) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (127) mencionada anteriormente, mientras que un poli(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (130) siguiente se obtiene a partir de un mono(éster de -O-R<sup>2</sup> éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (128) mencionada anteriormente.



(en las que

los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup>, respectiva e independientemente, pueden sustituir el anillo aromático, los grupos R<sup>9</sup> a R<sup>12</sup> pueden unirse para formar un anillo con el anillo aromático y, respectiva e independientemente, representan átomos de hidrógeno o grupos compuestos por grupos en los que un grupo alquilo, grupo cicloalquilo, grupo arilo o grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está unido por enlaces hidrocarbonados saturados y/o enlaces éter,

R<sup>2</sup> representa un grupo derivado de un alcohol que es un residuo en el que se ha eliminado del alcohol un único grupo hidroxilo unido a un átomo de carbono saturado del alcohol,

Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha eliminado del compuesto hidroxilado aromático un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto hidroxilado aromático, y

e representa 0 o un número entero positivo).

A continuación se da a conocer una explicación de la etapa (X).

La etapa (X) puede llevarse a cabo mediante un procedimiento conocido (véase, por ejemplo, la patente de la República Federal de Alemania No. -104-2891).

Entre los ejemplos de agentes de metilación utilizados preferentemente en la etapa (X) se pueden incluir formaldehído, paraformaldehído, trioxano, dialcoximetanos que tienen un grupo alquilo inferior que tiene 1 a 6 átomos de carbono (tales como, dimetoximetano, dietoximetano, dipropoximetano, dipentanoximetano o dihexiloximetano) y diaciloximetanos que tienen un grupo acilo inferior, tal como, diacetoximetano o dipropioniloximetano. Estos se pueden utilizar solos o dos o más tipos pueden utilizarse como una mezcla. Entre estos agentes de metilación, las soluciones acuosas de formaldehído son particularmente preferentes en consideración de los casos de aplicación industrial, la facilidad de manipulación del agente de metilación y similares.

En la realización de la reacción de la etapa (X), aunque no hay limitaciones concretas sobre la relación entre el monoéster del ácido carbámico N-sustituido y el agente de metilación, el monoéster del ácido carbámico N-sustituido se utiliza, preferentemente, en una relación estequiométrica de 2 a 20 veces el agente de metilación. Aunque la formación de formas polinucleares (en referencia a monoésteres del ácido carbámico N-sustituido en los que tres o más anillos aromáticos están unidos por una estructura reticulada de metileno o, en otras palabras, los compuestos en los que  $n$  es un número entero de 1 o más en las fórmulas (129) y (130) mencionadas anteriormente se inhibe cuanto mayor sea la cantidad de monoéster del ácido carbámico N-sustituido utilizado, si se utiliza una cantidad demasiado excesiva de monoéster del ácido carbámico N-sustituido, hay muchos casos en los que la cantidad restante de materia prima de monoéster del ácido carbámico N-sustituido aumenta. Por lo tanto, la cantidad de monoéster del ácido carbámico N-sustituido utilizada en términos de la relación estequiométrica con el agente de metilación está, más preferentemente, dentro de un intervalo de 3 a 15 veces y, aún más preferentemente, dentro de un intervalo de 5 a 10 veces.

Un catalizador ácido se utiliza, preferentemente, como un catalizador en la reacción de condensación. Entre los ejemplos de catalizadores ácidos se pueden incluir ácidos inorgánicos, tales como, ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico o ácido bórico, y ácidos orgánicos, tales como, ácido fórmico, ácido acético, ácido oxálico o ácido toluenosulfónico. Además, los ácidos denominados ácidos súperfuertes, tales como, ácido bromhídrico, ácido perclórico, ácido clorosulfónico o ácido trifluorometanosulfónico, también son eficaces. Además, también son eficaces las resinas de intercambio iónico que tienen grupos ácidos, tales como, grupos carboxilo o grupos sulfonato, así como los ácidos a los que se hace referencia como ácidos de Lewis, tales como, ácido trifluorobórico, cloruro de hierro, cloruro de aluminio, cloruro de cinc o cloruro de titanio.

En el caso de un ácido protónico, tal como, los ácidos inorgánicos, ácidos orgánicos o ácidos súperfuertes mencionados anteriormente, la cantidad de estos ácidos utilizados se encuentra dentro de un intervalo de una relación estequiométrica de 0,001 a 10, y, preferentemente, dentro de un intervalo de 0,01 a 5, basándose en la materia prima monoéster del ácido carbámico N-sustituido. Además, si se utilizan estos ácidos en forma de soluciones acuosas, que se pueden utilizar a una concentración dentro de un intervalo del 10 al 95% en peso y, preferentemente dentro de un intervalo del 20 al 80% en peso basado en la cantidad de agua en el sistema de reacción. Si la concentración es menor que el 10% en peso, la velocidad de reacción de la reacción de condensación se convierte en extremadamente lenta, mientras que si la concentración excede del 95% en peso, se puede producir la hidrólisis de la materia prima y otras reacciones secundarias indeseables.

La reacción de condensación puede llevarse a cabo en presencia o en ausencia de disolvente.

Entre los ejemplos de disolventes que se utilizan preferentemente se pueden incluir hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos, tales como, pentano, hexano, heptano, octano, nonano, decano, hexadecano, ciclopentano o ciclohexano; hidrocarburos aromáticos, tales como, benceno, tolueno o xileno y sus formas sustituidas con alquilo, halógeno y nitro; hidrocarburos halogenados, tales como, cloroformo, cloruro de metileno, tetracloruro de carbono, dicloroetano, tricloroetano o tetracloroetano; ésteres de alquilo alifáticos, tales como, acetato de metilo o acetato de etilo; y éteres, tales como, éter dietílico, éter diisopropílico, dioxano o tetrahidrofurano. Además, preferentemente, se utilizan tioacetales, acetales o acilales, puesto que no forman formaldehído libre en las condiciones de reacción y no forman sustancialmente agua mediante la reacción con un subproducto formado como tal en la reacción. Los acetales y acilales se utilizan de forma especialmente preferente. Además, los propios ácidos mencionados anteriormente también se utilizan preferentemente como disolventes. Estos disolventes se pueden utilizar solos o dos o más tipos pueden utilizarse como una mezcla.

Estos disolventes se pueden utilizar en una relación en peso dentro de un intervalo de 0,1 a 100 veces y, preferentemente, dentro de un intervalo de 0,2 a 50 veces basado en el monoéster del ácido carbámico N-sustituido materia prima.

El monoéster del ácido carbámico N-sustituido utilizado en la etapa (X) es un monoéster del ácido carbámico N-sustituido obtenido mediante los procedimientos de la etapa (A) y/o las etapas (a) y (b) utilizando una monoamina orgánica. En cualquiera de estos procedimientos, hay muchos casos en los que se obtiene el monoéster del ácido carbámico N-sustituido en forma de un líquido de reacción de la etapa (A) y/o la etapa (b). Puesto que una composición hidroxilada utilizada en la etapa (A) y/o la etapa (b) y un catalizador y disolvente de reacción según el caso, están contenidos en el líquido de reacción, en el caso de la adición de un agente de metilación, catalizador

o disolvente de reacción utilizado en la etapa (X), pueden producirse reacciones imprevistas, la solución puede sufrir separación de fases, el monoéster del ácido carbámico N-sustituido puede solidificarse o puede llegar a ser difícil realizar la etapa (X) en sí. Por lo tanto, es preferente eliminar la totalidad o una parte de la composición hidroxilada utilizada en la etapa (A) y/o la etapa (b) antes de o después de añadir el agente de metilación, el catalizador o el disolvente de reacción utilizados en la etapa (X). Aunque la cantidad eliminada es arbitraria y se determina teniendo en cuenta los compuestos utilizados y la composición de los mismos, el compuesto hidroxilado se elimina a una relación estequiométrica basada en el monoéster del ácido carbámico N-sustituido de 1 vez o menos y, más preferentemente, 0,1 veces o menos. Se puede utilizar un procedimiento de eliminación conocido para la eliminación, ejemplos de los cuales pueden incluir la separación por destilación y separación por membrana, y la separación por destilación se puede utilizar preferentemente.

La temperatura de reacción es, preferentemente, de 10 a 160°C, más preferentemente de 20 a 140°C e incluso más preferentemente de 50 a 120°C. Aunque la reacción se lleva a cabo ventajosamente a una temperatura alta con el fin de aumentar la velocidad de reacción y completar la reacción de forma rápida, una temperatura excesivamente alta puede causar reacciones secundarias indeseables, tales como, hidrólisis.

Aunque variable según el procedimiento de reacción, los compuestos y las condiciones de reacción utilizados, el tiempo de reacción puede estar dentro de un intervalo de 1 minuto a 20 horas. Además, la reacción puede terminarse cuando la reducción de la cantidad de monoéster del ácido carbámico N-sustituido materia prima ha alcanzado un cierto nivel mediante la obtención de muestras del líquido de reacción y utilizando un procedimiento de análisis conocido, tal como, cromatografía de líquidos, o la reacción puede terminarse cuando el peso molecular promedio del producto en forma de poliéster del ácido carbámico N-sustituido ha alcanzado un cierto nivel mediante la utilización de un procedimiento de análisis conocido, tal como, cromatografía de permeación en gel. No hay limitaciones concretas sobre el aparato de reacción utilizado cuando se lleva a cabo la reacción y, aunque puede utilizarse un reactor conocido, preferentemente se utiliza un reactor de tipo tanque y/o un reactor de tipo columna equipado con un condensador.

Más específicamente, los reactores convencionalmente conocidos pueden combinarse y utilizarse adecuadamente, ejemplos de los cuales pueden incluir un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación a presión reducida, un reactor de tipo columna, una columna de destilación, una columna de relleno o un destilador de película fina.

No hay limitaciones particulares sobre el tipo de condensador proporcionado en el reactor y se puede utilizar un condensador conocido. Por ejemplo, pueden combinarse y utilizarse adecuadamente condensadores conocidos convencionalmente, tales como, un condensador cilíndrico multitubular, un condensador de doble tubo, un condensador de tubo único o un condensador enfriado por aire. El condensador se puede proporcionar dentro del reactor o se proporciona fuera del reactor o puede estar conectado con el reactor por una línea, y se pueden emplear diversos tipos según las formas del reactor y el condensador, la manera en que se manipula el condensado y similares.

Dado que se utiliza un ácido en la etapa (X), aunque se requiere precaución con respecto a los materiales del reactor y el condensador, no hay limitaciones particulares sobre los materiales siempre que no causen problemas, tales como, la corrosión atribuible a los compuestos utilizados en la etapa (X), y se pueden utilizar materiales conocidos. Entre los ejemplos de materiales que se pueden utilizar se pueden incluir vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales de base revestidos de vidrio y materiales recubiertos de teflón (marca registrada). Según sea necesario se pueden añadir aparatos de proceso conocidos, tales como, un caudalímetro, un termómetro y otros instrumentos de medición o un rehervidor, una bomba o un condensador y similares, se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como, vapor o un calentador, para calentar y se puede utilizar un procedimiento conocido como enfriamiento por aire, agua de refrigeración o solución saturada de cloruro sódico para refrigeración. Según sea necesario también se pueden añadir etapas y, por ejemplo, se pueden añadir etapas y aparatos que un experto en la materia o ingeniero pueden concebir.

El poliéster del ácido carbámico N-sustituido obtenido según el procedimiento mencionado anteriormente es un poli(éster de -O-Ar-) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (129) mencionada anteriormente en el caso de que el monoéster del ácido carbámico N-sustituido es mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico representado por la fórmula (127) mencionada anteriormente o es un poli(éster de -OR<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (130) mencionada anteriormente en el caso de que el monoéster del ácido carbámico N-sustituido es un mono(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (128) mencionada anteriormente. Entre estos poliésteres del ácido carbámico N-sustituido, aunque los compuestos en los que e es un número entero de 0 a 3 y, preferentemente, 0 son preferentes teniendo en cuenta la facilidad de manipulación y la viscosidad de la solución, en particular, la presencia de formas hexanucleares y formas polinucleares más grandes (es decir, compuestos en los que e es 4 o más en las fórmulas (129) y (130) mencionadas anteriormente) no presenta ningún problema, siempre que no se desvíen de la esencia de la presente realización.

Aunque el poliéster del ácido carbámico N-sustituido se produce a partir de monoéster del ácido carbámico

N-sustituido mediante la etapa (X) indicada anteriormente, en el caso de obtener poli(éster de  $-OR^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (130) en la etapa (X) (es decir, en el caso de llevar a cabo la etapa (X) utilizando un mono(éster de  $-OR^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (130)), de modo que la realización de la etapa (Y) mencionada anteriormente tras la etapa (X) permite la conversión a un poli(éster de  $-O-Ar-$ ) del ácido carbámico N-sustituido preferente para la producción de isocianato, permitiendo de este modo la producción de isocianato utilizando el poli(éster de  $-O-Ar$ ) del ácido carbámico N-sustituido.

Cuando se lleva a cabo la etapa (Y) después de la etapa (X), el líquido de reacción obtenido en la etapa (X) contiene agente de metilación sin reaccionar o en exceso, el catalizador, el disolvente de reacción y similares además del poli(éster de  $-OR^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido. En el caso de haber añadido un compuesto hidroxilado aromático utilizado en la etapa (Y) al líquido de reacción obtenido en la etapa (X) (y también hay casos en los que se añade catalizador o disolvente de reacción), pueden producirse reacciones no deseadas, la solución puede sufrir separación de fases, el poli(éster de  $-OR^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido puede solidificarse o puede resultar difícil llevar a cabo la etapa (Y) como tal. En dichos casos, la totalidad o una parte de los compuestos mencionados anteriormente contenidos en el líquido de reacción de la etapa (X) se eliminan antes o después de la adición de la composición hidroxilada aromática, el catalizador o el disolvente utilizado en la etapa (Y). La cantidad eliminada es arbitraria y se determina teniendo en cuenta los compuestos utilizados y la composición de los mismos. Se puede utilizar un procedimiento de eliminación conocido para la eliminación, ejemplos de los cuales pueden incluir la separación por destilación y separación por membrana, y la separación por destilación se puede utilizar preferentemente.

La figura 18 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferente de un procedimiento para la producción de isocianato polifuncional a partir de mono(éster de  $-OR^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido que combina las etapas (X), (Y) y (F).

Además, otro aspecto preferente de un procedimiento para producir isocianato polifuncional a partir de mono(éster de  $-OR^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido es un procedimiento en el que, después de convertir primero el mono(éster de  $-OR^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido en un mono(éster de  $-O-Ar$ ) del ácido carbámico N-sustituido con la etapa (Y), se lleva a cabo la polimerización según la etapa (X) para obtener un éster de  $-O-Ar$  del ácido carbámico N-sustituido y, a continuación, se obtiene isocianato polifuncional mediante descomposición térmica del éster de  $-O-Ar$  del ácido carbámico N-sustituido en la Etapa (F).

De forma similar a cuando se lleva a cabo la etapa (F) después de la etapa (X), el líquido de reacción obtenido en la etapa (X) contiene agente de metilación sin reaccionar o en exceso, el catalizador, el disolvente de reacción y similares además del poli(éster de  $-OR^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido. Como se ha descrito anteriormente, cuando se suministra éster de  $-O-Ar$  del ácido carbámico N-sustituido a la etapa (F), se suministra, preferentemente, a la etapa (F) en forma de una composición para la transferencia y el almacenamiento del éster de  $-O-Ar$  del ácido carbámico N-sustituido, tal como, se ha descrito anteriormente. Por lo tanto, aunque el compuesto hidroxilado aromático utilizado en la etapa (F) se añade al líquido de reacción obtenido en la etapa (X) para obtener una mezcla, si esta mezcla se utiliza directamente en la etapa (F), pueden producirse reacciones no deseadas, la solución puede sufrir separación de fases o puede solidificarse el poliéster de  $-O-Ar$  del ácido carbámico N-sustituido. En dichos casos, la totalidad o una parte de los compuestos mencionados anteriormente contenidos en el líquido de reacción de la etapa (X) se eliminan antes o después de la adición del compuesto hidroxilado aromático, el catalizador o el disolvente utilizado en la etapa (F). La cantidad eliminada es arbitraria y se determina teniendo en cuenta los compuestos utilizados y la composición de los mismos. Se puede utilizar un procedimiento de eliminación conocido para la eliminación, ejemplos de los cuales pueden incluir la separación por destilación y separación por membrana, y la separación por destilación se puede utilizar preferentemente. Naturalmente, no tiene que llevarse a cabo el procedimiento descrito anteriormente en el caso de que el agente de metilación, el catalizador o el disolvente de reacción sin reaccionar o en exceso, y similares contenidos en el líquido de reacción de la etapa (X), no tengan efecto sobre la etapa (F).

La figura 19 muestra un dibujo conceptual que representa otro aspecto preferente de un procedimiento para la producción de isocianato polifuncional a partir de mono(éster de  $-OR^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido que combina las etapas (X), (Y) y (F).

Además, en el caso de obtener poli(éster de  $-O-Ar$ ) del ácido carbámico N-sustituido llevando a cabo la etapa (X) utilizando mono(éster de  $-O-Ar$ ) del ácido carbámico N-sustituido, el isocianato polifuncional puede obtenerse por descomposición térmica del poli(éster de  $-O-Ar$ ) del ácido carbámico N-sustituido en la etapa (F). También en este caso, es preferente eliminar la totalidad o una parte de los compuestos mencionados anteriormente contenidos en el líquido de reacción de la etapa (X) antes o después de la adición del compuesto hidroxilado aromático, catalizador o disolvente utilizados en la etapa (F) por las mismas razones descritas anteriormente. La cantidad eliminada es arbitraria y se determina teniendo en cuenta los compuestos utilizados y la composición de los mismos. Se puede utilizar un procedimiento de eliminación conocido para la eliminación, ejemplos de los cuales pueden incluir la separación por destilación y separación por membrana, y la separación por destilación se puede utilizar preferentemente.



La figura 20 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferente de un procedimiento para la producción de isocianato polifuncional a partir de mono(éster -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido.

5 Dado que el procedimiento de producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización recupera eficientemente y reutiliza el derivado del ácido carbónico y similares utilizados en exceso en la reacción, se puede producir un éster del ácido carbámico N-sustituido sin perder las unidades originales del derivado del ácido carbónico. Además, puesto que se puede inhibir la obstrucción de las líneas de descarga del amoníaco formado como subproducto durante la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido, es posible el funcionamiento durante un período de tiempo largo. Además, el éster del ácido carbámico N-sustituido y la composición para la transferencia y el almacenamiento del éster del ácido carbámico N-sustituido se pueden utilizar, preferentemente, como materias primas para la producción de isocianato. Por tanto, la presente invención es extremadamente importante desde el punto de vista industrial.

### 15 Ejemplos

Aunque a continuación se da a conocer una explicación detallada de la presente invención basada en los ejemplos de la misma, el alcance la presente invención no está limitado a estos ejemplos.

20 <Procedimientos analíticos>

1) Análisis RMN

Aparato: Sistema JNM-A400 FT-NMR, JEOL Ltd., Japón

25 (1) Preparación de muestras de análisis de RMN de  $^1\text{H}$  y de  $^{13}\text{C}$

30 Se pesaron aproximadamente 0,3 g de la solución de muestra, seguido de la adición de aproximadamente 0,7 g de cloroformo pesado (99,8%, Aldrich Corp., E.E.U.U.) y 0,05 g del patrón interno en forma de tetrametil estaño (reactivo garantizado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y mezclando hasta uniformidad para obtener soluciones utilizadas como muestras de análisis de RMN.

(2) Análisis cuantitativos

35 Se realizaron análisis para cada patrón y se realizaron análisis cuantitativos con las soluciones de la muestra de análisis basadas en la curva de calibración resultante.

2) Cromatografía de líquidos

Aparato: Sistema LC-10AT, Shimadzu Corp., Japón

40 Columna: Columna Inertsil-ODS, GL Sciences Inc., Japón, dos columnas conectadas en serie

Disolvente de desarrollo: Mezcla de líquido de 5 mmol/l de solución acuosa de acetato de amonio (solución A) y acetonitrilo (solución B)

Caudal del disolvente de desarrollo: 2 ml/min

Temperatura de la columna: 35°C

45 Detector: Detector R.I. (refractómetro) y detector de PDA (detector de matriz de fotodiodos, intervalo de longitud de onda de medición: 200 a 300 nm)

(1) Muestras de análisis para cromatografía de líquidos

50 Se pesaron aproximadamente 0,1 g de la muestra, seguido de la adición de aproximadamente 1 g de tetrahidrofurano (deshidratado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd, Japón) y aproximadamente 0,02 g de patrón interno en forma de 1,1-dietilurea (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y mezclando hasta uniformidad para obtener soluciones utilizadas como muestras de análisis para la cromatografía de líquidos.

55 (2) Análisis cuantitativos

Se realizaron análisis para cada patrón y se realizaron análisis cuantitativos con las soluciones de la muestra de análisis basados en la curva de calibración resultante.

60 3) Cromatografía de gases

Aparato: GC-14B, Shimadzu Corp., Japón

Columna: Porapack N, diámetro interno: 3 mm, longitud: 3 m, SUS

Temperatura de la columna: 60°C

65 Temperatura del puerto de inyección: 120°C

Gas portador: Helio

Caudal del gas portador: 40 ml/min  
 Detector: TCD (detector de conductividad térmica)

(1) Muestras de análisis para cromatografía de gases

Las muestras de gas capturadas en una bolsa Tedlar se recolectaron y se inyectaron con una jeringa estanca a los gases.

(2) Análisis cuantitativos

Se realizaron análisis para cada patrón y se realizaron análisis cuantitativos con las soluciones de la muestra de análisis basadas en la curva de calibración resultante.

4) Análisis de GC-MS

Aparato: Aparato que conecta GC17A y GCMS-QP5050A, Shimadzu Corp., Japón  
 Columna: DB-1, Agilent Technologies Corp., EE.UU., longitud: 30 m, diámetro interno: 0,250 mm, grosor de la película: 1,00 µm  
 Temperatura de la columna: Se mantiene a 50°C durante 5 minutos, seguido de aumento a la velocidad de 10°C/min a 200°C; se mantuvo a 200°C durante 5 minutos, seguido de un aumento a una velocidad de 10°C/min a 300°C  
 Temperatura del puerto de inyección: 300°C  
 Temperatura de la interfaz: 300°C

(1) Muestras para análisis de GC-MS

Las muestras de gas capturadas en una bolsa Tedlar se recolectaron y se inyectaron con una jeringa estanca a los gases.

(2) Análisis cuantitativos

Se realizaron análisis para cada patrón y se realizaron análisis cuantitativos con las soluciones de la muestra de análisis basadas en la curva de calibración resultante. Además, el límite inferior de detección fue de aproximadamente 1 ppm en términos de las concentraciones en las muestras.

En las siguientes descripciones, aunque la expresión "compuesto que contiene N" se utiliza y se hace mención respecto a la cantidad de este compuesto que contiene N, la cantidad de compuesto que contiene N se refiere al total del número de moléculas de urea ( $H_2N-C(=O)-NH_2$ ) (V), el número de moléculas de éster del ácido carbámico (W), el número de moléculas de biuret ( $H_2N-C(=O)-NH-C(=O)-NH_2$ ) (X) y el número total entre grupos biuret terminales ( $-NH-(C=O)-NH-(C=O)-NH_2$ ) de un compuesto que tiene grupos biuret terminales derivados de una amina orgánica que se forma en una reacción entre la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada aromática (Y), a saber,  $(V+W+X+Y)$ , y se representa como la cantidad (múltiple) basada en el número de ésteres de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

Además, en las descripciones siguientes, aunque se hace mención en relación a la cantidad de "grupos carbonilo contenidos en compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en amoníaco", esta cantidad es una cantidad calculada según el procedimiento descrito a continuación.

i) El análisis de GC-MS se lleva a cabo según el procedimiento descrito anteriormente en un gas que contiene el amoníaco.

ii) Se determina el número entre grupos carbonilo contenidos en una molécula de los compuestos detectados mediante GC-MS.

iii) La suma total (unidades: mmol) de los productos de la Cantidad (unidades: mmol) de cada compuesto detectado mediante GC-MS y se calcula el número entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos y dicha suma total se toma como la cantidad de "grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en amoníaco". Por lo tanto, aunque la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo en una cantidad por debajo del límite de detección inferior de GC-MS no están incluidos en esta cantidad, ya que la cantidad total de estos grupos carbonilo que no están incluidos es extremadamente baja, no hay ningún problema en la discusión de la relación en peso entre los "grupos carbonilo contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo contenidos en amoníaco" y el amoníaco en los ejemplos.

5) Análisis del contenido de agua en la muestra

Aparato: Analizador micro del contenido de agua Modelo CA-21, Mitsubishi Chemical Analytech Co., Ltd., Japón

## (1) Análisis cuantitativos

Se pesó aproximadamente 1 g de la muestra y se inyectó en el analizador micro del contenido de agua para determinar el contenido de agua de la muestra.

[Ejemplo 1]

Etapa (1-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 240 g de hexametildiamina (Aldrich Corp., EE.UU.), 8.510 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y 496 g de urea (ultrapura, de Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) para preparar una solución de materia prima. Una columna de relleno -102- rellena (Helipack No. 3) y con un diámetro interno de 20 mm se calentó a 240°C y la presión dentro de la columna se fijó a aproximadamente 20 kPa. Un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima se introdujo a través desde una línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, y una vez estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,0 g/min y el líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento -105- a través desde una línea -4- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se recuperó desde una línea -2- proporcionada en la parte superior de la columna de relleno -102-, condensada en un condensador -103- mantenido a aproximadamente 85°C y el componente resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento -105- fue de 4,69 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol a una relación estequiométrica de 8,8 veces y bis(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0008 veces basada en el (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster del ácido N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico) y contenía 0,0023 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)ésteres del ácido N,N'-hexanediil-di(carbámico) y contenía 8,0 ppm de amoníaco. Además, el rendimiento de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster del ácido N,N'-hexanediil-di(carbámico) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 92%.

Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 286 g (4,77 mol) y el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol fue de 4,25 kg (20,7 mol). Además, un gas que contenía amoníaco se descargó desde una línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,162 g (9,56 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0025 mmol.

Etapa (1-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (1-1).

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (1-1) fue 580 ppm. A la mezcla se le añadieron 225 g de hexametildiamina, 5.680 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 179 g de urea para obtener una solución de materia prima. Se recuperaron 6.228 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105- mediante la utilización de la solución de materia prima y llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- contenía ácido N,N'-hexanodiilo-dicarbámico bis(4-t-octilfenil) y el rendimiento del ácido N,N'-hexanodiil-dicarbámico-bis(4-t-octilfenil) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 92%.

Cuando se continuó la etapa (1-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días. Además, el tiempo de funcionamiento mencionado en el presente documento indica el tiempo neto total durante el cual la reacción de la etapa (1-1) se llevó a cabo utilizando el aparato descrito anteriormente y no incluye la cantidad de tiempo durante el cual la reacción no se llevó a cabo, tal como, la cantidad de tiempo durante el que las preparaciones se llevaron a cabo para el funcionamiento del aparato mencionado anteriormente.

Etapa (1-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 26.

Un aparato de destilación en película fina -702- (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área de superficie conductora del calor de 0,2 m<sup>2</sup> se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación en película fina se fijó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 se colocó en un tanque de almacenamiento -701- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.800 g/h a través desde una línea -70-. Un componente líquido se extrajo desde una línea -72- proporcionado en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -702- y se recuperó en un tanque de almacenamiento -703-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -703- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -702- a través desde una línea -73-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de hexametileno y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol se extrajo a partir desde una línea -71- proporcionada en la parte superior del aparato de destilación en película fina -702-. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -704- y el diisocianato de hexametileno y el 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol se separaron por destilación. Una parte de un componente de punto de ebullición alto que contenía 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol se devolvió al tanque de almacenamiento -703- a través desde una línea -76- proporcionada en la parte inferior de la columna de destilación -704-, se suministró de nuevo una parte a la columna de destilación -704- a través de un rehervidor -708- y el resto se recuperó en un tanque de almacenamiento -709-. Un componente de la fase gaseosa que contiene diisocianato de hexametileno se extrajo de la parte superior de la columna de destilación -704- a través desde una línea -74-, se condensó en un condensador -705- y una parte del condensado se devolvió a la columna de destilación -704-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -707- a la velocidad de aproximadamente 83 g/h.

Quando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 200 ppm de 4-(1,1,3,3-tetrametil-butil)fenol.

Aunque el diisocianato de hexametileno se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 2]

Etapa (2-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

El mismo procedimiento que en el ejemplo 1 se llevó a cabo con la excepción de la mezcla de 255 g de 4,4'-metilendianilina (Aldrich Corp., E.E.U.U.), 5.063 g de p-dodecilfenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y 193 g de urea para obtener una solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a aproximadamente 20 kPa, manteniendo el condensador a aproximadamente 60°C y la introducción del condensado a una velocidad de aproximadamente 1,0 g/min. Se recuperaron 4.564 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía p-dodecilfenol en una relación estequiométrica de 11,5 veces y di(p-dodecilfenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,0010 veces sobre la base de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) y contenía 0,013 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 92%. Además, la cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 6,0 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de p-dodecilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 62,4 g (1,04 mol) y el contenido de p-dodecilfenol fue de 861 g (3,28 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,16 g (9,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,015 mmol.

Quando se continuó la etapa (2-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (2-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (2-1).

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (2-1) fue 630 ppm. A la mezcla se le añadieron 260 g de 4,4'-metilendianilina, 4.300 g de p-dodecilfenol y 134 g de urea para obtener una solución de materia prima. Se recuperaron 4.600 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105- mediante la utilización de la solución de materia prima y llevando a cabo el mismo

procedimiento que en la etapa (2-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- contenía N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 91%.

5 Etapa (2-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

10 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 2, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 2.250 g/h.

15 Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 82 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 4,4'-difenilmetano que contenía 100 ppm de p-dodecilfenol.

20 Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 3]

25 Etapa (3-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la mezcla de 220 g de 2,4-toluendiamina (Aldrich Corp., EE.UU.), 9.274 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 541 g de urea para obtener una solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a aproximadamente 52 kPa, manteniendo el condensador a aproximadamente 120°C y la introducción del condensado a una velocidad de aproximadamente 1,0 g/min. Se recuperaron 5.512 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol en una relación estequiométrica de 13,0 veces y bis(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,022 veces sobre la base de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y contenía 0,028 veces un compuesto que contiene N basado en el número de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)ésteres). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)ésteres basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 91%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 8,3 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 361 g (6,02 mol) y el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol fue de 4.173 g (20,3 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,134 g (7,9 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0237 mmol.

50 Cuando se continuó la etapa (3-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (3-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

55 La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (3-1).

60 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (3-1) fue 2.100 ppm. A la mezcla se le añadieron 310 g de 2,4-toluendiamina, 8.895 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 400 g de urea para obtener una solución de materia prima. Se recuperaron 10.624 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105- mediante la utilización de la solución de materia prima y llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- contenía tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster), y el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster), basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 81%.

65

[Ejemplo 4]

Etapa (4-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

5 El mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 se llevó a cabo con la excepción de la mezcla de 321 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (Aldrich Corp., EE.UU.), 3.518 g de 4-fenil-fenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y 339 g de urea para obtener una solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a aproximadamente 26 kPa, manteniendo el condensador a aproximadamente 150°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,2 g/min. Se recuperaron 1.971 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-fenil-fenol en una relación estequiométrica de 2,7 veces y di(4-fenilfenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,0009 veces sobre la base de éster (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,008 veces un compuesto que contiene N basado en el número de ésteres (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, se detectó éster de (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente un 93%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 7,7 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 4-fenilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 143 g (2,39 mol) y el contenido 4-fenilfenol fue de 2.111 g (12,4 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,36 g (21,2 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,263 mmol.

30 Cuando se continuó la etapa (4-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (4-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

35 La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (4-1).

40 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (4-1) fue 3.200 ppm. A la mezcla se le añadieron 310 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 2.451 g de 4-fenilfenol y 178 g de urea para obtener una solución de materia prima. Se recuperaron 2.913 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105- mediante la utilización de la solución de materia prima y llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- contenía éster (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster de (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente un 74%.

45 Etapa (4-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

50 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -702- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 4, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 660 g/h.

55 Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente -104- g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isofozona que contenía 130 ppm de 4-fenilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

60 [Ejemplo 5]

Etapa (5-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

65 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la mezcla de 315 g de 4,4'-metilenbis(ciclohexilamina) (Aldrich Corp., EE.UU.), 7.074 g de p-dodecilfenol y 216 g de urea para obtener

una solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a aproximadamente 26 kPa, manteniendo el condensador a aproximadamente 60°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. Se recuperaron 6.655 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía p-dodecilfenol en una relación estequiométrica de 15,0 veces y di(p-dodecilfenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,016 veces sobre la base de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) y contenía 0,008 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilénbis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 93%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 6,9 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de p-dodecilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 60,3 g (1,00 mol) y el contenido de p-dodecilfenol fue de 848 g (3,23 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,20 g (12,0 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,011 mmol.

Cuando se continuó la etapa (5-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (5-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (5-1).

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (5-1) fue 1.910 ppm. A la mezcla se le añadieron 290 g de 4,4'-metilénbis(ciclohexilamina), 5.663 g de p-dodecilfenol y 134 g de urea para obtener una solución de materia prima. Se recuperaron 2.913 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105- mediante la utilización de la solución de materia prima y llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (5-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilénbis(ciclohexilamina) 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico fue de aproximadamente el 93%.

Etapa (5-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 28.

Un aparato de destilación en película fina -802- (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tenía un área de superficie conductora del calor de 0,2 m<sup>2</sup> se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación en película fina se fijó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 5 se colocó en un tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.690 g/h a través desde una línea -80-. Un componente líquido se extrajo desde una línea -82- proporcionado en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en un tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -702- a través desde una línea -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de difenilmetano y p-dodecilfenol se extrajo a partir desde una línea -81- proporcionada en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802- El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -804- y el p-dodecilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida se introdujo en una columna de destilación -809- desde el puerto de alimentación de la columna de destilación -804- a través desde una línea -88- proporcionada en la parte inferior de la misma. En la columna de destilación -809-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de difenilmetano, se condensó en un condensador -810- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -809-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 85 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 720 ppm de p-dodecilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 6]

Etapa (6-1): Producción de (4-fenilfenil)carbamato

5 Se cargaron 6.298 g de 4-fenilfenol y 444 g de urea en un autoclave (Toyo Koatsu Inc., Japón) equipado con un termómetro, un agitador, un condensador de reflujo y un tubo de alimentación de gas y que tenía un volumen interno de 12 l, seguido de agitación a presión normal mientras se burbujeaba gas nitrógeno con un tubo capilar a una velocidad de 100 l/h y llevando a cabo la reacción a 140°C. Cuando se eliminó una parte del líquido de reacción 10 horas más tarde y se analizó mediante cromatografía líquida, se confirmó la formación de (4-fenilfenil)carbamato. El rendimiento fue de aproximadamente el 90% basado en la cantidad cargada de urea.

Etapa (6-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

15 Se añadieron 215 g de hexametildiamina a la solución obtenida en la etapa (6-1), seguido de agitación para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de esta solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 150°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,0 g/min. Se recuperaron 2.688 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-fenilfenol en una relación estequiométrica de 6,1 veces y di(p-dodecilfenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,0010 veces sobre la base de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) y contenía 0,044 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 90%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 10 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 4-fenilfenol, urea y (4-fenilfenil)carbamato, el contenido de urea fue de aproximadamente 31 g (0,52 mol), el contenido (4-fenilfenil)carbamato fue de 828 g (3,89 mol) y el contenido de 4-fenilfenol fue de 2.840 g (16,7 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,094 g (5,5 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tenían grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,025 mmol.

35 Cuando se continuaron las etapas (6-1) a (6-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

40 Etapa (6-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

45 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (6-2) fue de 5.200 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) añadiendo 5.225 g de 4-fenilfenol y 170 g de urea a la mezcla. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-2) añadiendo 210 g de hexametildiamina al líquido de reacción resultante para obtener una solución de materia prima. Se recuperaron 4.408 g del líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. El líquido de reacción contenía ácido N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) y el rendimiento de N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 63%.

50 Etapa (6-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

55 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en la etapa (6-2) del ejemplo 6, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.410 g/h. Se obtuvo un condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 84 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 130 ppm de 4-fenilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.



[Ejemplo 7]

Etapa (7-1): Producción de (4-nonilfenil)carbamato

5 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de que se utilizaron 11.003 g de 4-nonilfenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) en lugar de 4-fenilfenol, utilizando 499 g de urea y llevando a cabo la reacción durante 15 horas. Cuando se retiró una parte del líquido de reacción y se analizó mediante cromatografía de líquidos, se confirmó la formación de (4-nonilfenil)carbamato. El rendimiento fue de aproximadamente el 85% basado en la cantidad cargada de urea.

10

Etapa (7-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

15 Se añadieron 330 g de 4,4'-metilendianilina a la solución obtenida en la etapa (7-1), seguido de agitación para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de esta solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a aproximadamente 26 kPa, manteniendo el condensador a 60°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. Se recuperaron 8.078 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 20 4-nonilfenol en una relación estequiométrica de 22,1 veces y di(p-nonilfenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,0039 veces N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) y contenía 0,036 veces un compuesto que contiene N basándose en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 85%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 7,3 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 4-nonilfenol, urea y (4-nonilfenil)carbamato, el contenido de urea fue de aproximadamente 52 g (0,87 mol), el contenido (4-nonilfenil) carbamato fue 1.328 g (5,04 mol) y el contenido de 4-nonilfenol fue de 1.889 g (8,57 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del 25 tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,101 g (5,9 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 2,42 mmol.

35

Quando se continuaron las etapas (7-1) a (7-2), la línea -5- se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 220 días.

40 Etapa (7-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

45 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (7-2) fue de 2.200 ppm. Cuando la mezcla se calentó a 120°C y se mantuvo durante 3 horas a 50 kPa, la concentración de amoníaco en la mezcla fue de 150 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (7-1) añadiendo 9.280 g de 4-nonilfenol y 152 g de urea a la mezcla. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (7-2) añadiendo 335 g de 4,4'-hexametilendianilina al líquido de reacción resultante para obtener una solución de materia prima. Se recuperaron 8.125 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. El líquido de reacción contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 88%.

50

Etapa (7-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

55 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 28.

60 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 5 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa, se cargó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 7, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 5 y se suministró al aparato de destilación en película fina a través de la línea -80- a la velocidad de aproximadamente 1.910 g/h.

65 Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 75 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 220 ppm de 4-nonilfenol.

Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 8]

5

Etapa (8-1): Producción de (4-etilfenil)carbamato

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de que se utilizaron 39,0 kg de 4-etilfenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) en lugar de 4-fenilfenol, utilizando 1.057 g de urea y llevando a cabo la reacción durante 12 horas. Cuando se retiró una parte del líquido de reacción y se analizó mediante cromatografía de líquidos, se confirmó la formación de (4-etilfenil)carbamato. El rendimiento fue de aproximadamente el 88% basado en la cantidad cargada de urea.

10

Etapa (8-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

15

Se añadieron 215 g de 2,4-toluendiamina a la solución obtenida en la etapa (8-1), seguido de agitación para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de esta solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a la presión atmosférica (atmósfera de nitrógeno), manteniendo el condensador a 60°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 2,8 g/min. Se recuperaron 20,8 kg de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-etilfenol en una relación estequiométrica de -105- veces y di(4-etilfenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,0026 veces basado en tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-etilfenil)éster), y contenía 0,015 veces un compuesto que contiene N basándose en el número de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-etilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-etilfenil)éster basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente del 84%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 3,2 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 4-etilfenol, urea y (4-etilfenil)carbamato, el contenido de urea fue de aproximadamente 88 g (1,48 mol), el contenido (4-etilfenil)carbamato fue de 2.253 g (13,6 mol) y el contenido de 4-etilfenol fue de 19,5 kg (159 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -105-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,0986 g (5,80 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0055 mmol.

20

25

30

35

40

Cuando se continuaron las etapas (8-1) a (8-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (8-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

45

50

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (8-2) fue de 80 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (8-1) añadiendo 19,5 kg de 4-etilfenol y 237 g de urea a la mezcla. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (8-2) añadiendo 215 g de 2,4-toluendiamina al líquido de reacción resultante para obtener una solución de materia prima. Se recuperaron 2.230 g del líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. El líquido de reacción contenía tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-etilfenil)éster) y el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-etilfenil)éster) basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 85%.

Etapa (8-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

55

60

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 5 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa, se cargó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 8, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 y se suministró al aparato de destilación en película fina a través de la línea -80- a la velocidad de aproximadamente 2.580 g/h.

60

65

Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 19 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 20 ppm de 4-etilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no

se observó decoloración.

[Ejemplo 9]

5 Etapa (9-1): Producción de (4-heptilfenil)carbamato

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de que se utilizaron 8.040 g de p-heptilfenol en lugar de 4-fenilfenol, utilizando 378 g de urea y llevando a cabo la reacción durante 16 horas. Cuando se eliminó una parte del líquido de reacción y se analizó mediante cromatografía de líquidos, se confirmó la formación de (p-pentilfenil)carbamato. El rendimiento fue de aproximadamente el 90% basado en la cantidad cargada de urea.

Etapa (9-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

15 Se añadieron 356 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina a la solución obtenida en la etapa (9-1), seguido de agitación para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de esta solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 60°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,4 g/min. Se recuperaron 6.134 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía p-heptilfenol en una relación estequiométrica de 13,3 veces y di(p-heptilfenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,013 veces sobre la base de (p-heptilfenil)éster del ácido 3-((p-heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,022 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (p-heptilfenil)ésteres del ácido 3-((p-heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, el rendimiento de (p-heptilfenil)éster del ácido 3-((p-heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 90%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 4,9 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de p-heptilfenol, urea y (p-heptilfenil)carbamato, el contenido de urea fue de aproximadamente 26,4 g (0,44 mol), el contenido (p-heptilfenil) carbamato fue de 575 g (2,45 mol) y el contenido de 4-heptilfenol fue de 1.390 g (7,23 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -105-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,121 g (7,10 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,056 mmol.

40 Cuando se continuaron las etapas (9-1) a (9-2), la línea -5- se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 380 días.

Etapa (9-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

45 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (9-2) fue de 120 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (9-1) añadiendo 6.287 g de p-heptilfenol y 186 g de urea a la mezcla. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (9-2) añadiendo 340 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina al líquido de reacción resultante para obtener una solución de materia prima. Se recuperaron 5.850 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. El líquido de reacción contenía éster (p-heptilfenílico) del ácido 3-((p-heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (p-heptilfenílico) del ácido 3-((p-heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 89%.

55 [Ejemplo 10]

Etapa (10-1): Producción de (2,6-dimetoxifenilfenil)carbamato

60 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de que se utilizaron 6.155 g de 2,6-dimetoxifenol (Aldrich Corp., EE.UU.) en lugar de 4-fenilfenol, utilizando 420 g de urea y llevando a cabo la reacción durante 13 horas. Cuando se retiró una parte del líquido de reacción y se analizó mediante cromatografía de líquidos, se confirmó la formación de (2,6-dimetoxifenil)carbamato. El rendimiento fue de aproximadamente el 81% basado en la cantidad cargada de urea.

Etapa (10-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se añadieron 420 g de 4,4'-metilenbis(ciclohexilamina) a la solución obtenida en la etapa (10-1), seguido de agitación para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de esta solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a aproximadamente 26 kPa, manteniendo el condensador a 60°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,4 g/min. Se recuperaron 2.364 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 2,6-dimetoxifenol en una relación estequiométrica de 4,46 veces y di(2,6-dimetoxifenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,0002 veces N,N'-(4,4'-metanodiiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(2,6-dimetoxifenil)éster) y contenía 0,081 veces un compuesto que contiene N basándose en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(2,6-dimetoxifenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(2,6-dimetoxifenil)éster) basándose en 4,4'-metilenbis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 86%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 9,3 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 2,6-dimetoxifenol, urea y (2,6-dimetoxifenil)carbamato, el contenido de urea fue de aproximadamente 56 g (0,93 mol), el contenido de (2,6-dimetoxifenil) carbamato fue de 69 g (4,05 mol) y el contenido de 2,6-dimetoxifenol fue de 3.539 g (23,0 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -105-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,149 g (8,81 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0078 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (10-1) a (10-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (10-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (10-1) añadiendo 2.616 g de 2,6-dimetoxifenol y 177 g de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (10-2). Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (10-2) añadiendo 423 g de 4,4'-metilenbis(ciclohexilamina) al líquido de reacción resultante para obtener una solución de materia prima. Se recuperaron 2.328 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105-. El líquido de reacción contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(2,6-dimetoxifenil)éster), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(2,6-dimetoxifenil)éster) basándose en 4,4'-metilenbis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 85%.

Etapa (10-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 5 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa, se cargó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 10, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 5 y se suministró al aparato de destilación en película fina a través de la línea -80- a la velocidad de aproximadamente 680 g/h.

Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 114 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de diciclohexilmetano que contenía 29 ppm de 2,6-dimetoxifenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 11]

Etapa (11-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la mezcla de 273 g de hexametildiamina, 13.766 de 2,4-di-terc-amilfenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y 381 g de urea para obtener una solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a 26 kPa, se estableció la temperatura del condensador a 85°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,4 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 11.599 g. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía

de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 2,4-di-terc-amilfenol en una relación estequiométrica de 35,9 veces basado en N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(2,4-di-terc-amilfenil) éster) y contenía 0,0058 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(2,4-di-terc-aminilfenil)ésteres). La cantidad de bis(2,4-di-terc-amilfenil)carbonato estaba por debajo del límite inferior de detección. Además, el rendimiento de N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(2,4-di-terc-amilfenil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 53%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 4-terc-amilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 261 g (4,36 mol) y el contenido de 4-terc-amilfenol fue de 2.615 g (11,2 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,14 g (8,0 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,76 mmol.

Cuando se continuó la etapa (11-1), la línea -5- se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 310 días.

20 Etapa (11-2): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en la etapa (11-1) del ejemplo 11, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.230 g/h.

Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 25 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 3 ppm de 4-fenilfenol. Aunque el diisocianato de hexametileno se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

35 [Ejemplo 12]

Etapa (12-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la mezcla de 287 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (9.013 g de 2,6-diisopropilfenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y 354 g de urea para obtener una solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a aproximadamente 26 kPa, manteniendo el condensador a aproximadamente 60°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 2.393 g. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 2,6-diisopropilfenol en una relación estequiométrica de 10,2 veces basado en (2,6-diisopropilfenil)éster del ácido 3-((2,6-diisopropilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,028 veces un compuesto que contiene N basado en el número de 3-((2,6-diisopropilfenil)ésteres del ácido 3-((2,6-diisopropilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. La cantidad de bis(2,6-diisopropilfenil)carbonato estaba por debajo del límite inferior de detección. Además, el rendimiento de (2,6-diisopropilfenil)éster del ácido 3-((2,6-diisopropilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 55%. El líquido de reacción contenía 9,8 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 2,6-diisopropilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 293 g (4,88 mol) y el contenido de 2,6-diisopropilfenol fue de 6.940 g (38,9 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,17 g (9,7 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,008 mmol.

Cuando se continuó la etapa (12-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

65

## [Ejemplo 13]

Etapas (13-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

5 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la mezcla de 255 g de hexametildiamina, 14.015 de hidroquinona (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y 527 g de urea para obtener una solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 180°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. La cantidad del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 9.757 g. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía hidroquinona en una relación estequiométrica de 57,3 veces basado en N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(hidroxifenil)éster) y contenía 0,027 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(hidroxifenil)ésteres). No se detectó éster del ácido carbónico derivado de la hidroquinona. Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(hidroxifenil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 63%. El líquido de reacción contenía 7,9 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de hidroquinona y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 422 g (7,04 mol) y el contenido de hidroquinona fue de 4.905 g (12,4 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,20 g (11,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,489 mmol.

25 Cuando se continuó la etapa (13-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

## [Ejemplo 14]

30 Etapas (14-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

35 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de la mezcla de 210 g de 4,4'-metilenbis(ciclohexilamina), 11.395 de bisfenol A (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y 210 g de urea para obtener una solución de materia prima, el calentamiento de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 165°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. La cantidad del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 9.520 g. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía bisfenol A en una relación estequiométrica de 66,4 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(4-hidroxifenil-isopropil)feniléster) y contenía 0,037 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(4-hidroxifenil-isopropil)fenilésteres). No se detectó éster del ácido carbónico derivado del bisfenol A. Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(4-hidroxifenil-isopropil)feniléster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 58%. El líquido de reacción contenía 4,9 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de bisfenol A y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 169,5 g (2,82 mol) y el contenido de bisfenol A fue de 2.280 g (10,0 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,10 g (5,9 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,057 mmol.

55 Cuando se continuó la etapa (14-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

## [Ejemplo 15]

60 Etapas (15-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un aparato como se muestra en la figura 22.

65 Se mezclaron 422 g de 4,4'-metilenbis(ciclohexilamina), 4.942 g de 4-terc-amilfenol (Aldrich Corp., EE.UU.) y 337 g de urea para preparar una solución de materia prima. Una columna de relleno -202- con un relleno (Helipack No. 3), con un diámetro interno de 20 mm y con una altura de 2.000 mm se calentó a 240°C y la presión dentro de la

columna se fijó a aproximadamente 26 kPa. Un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima se introdujo a través desde una línea -20- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -202- (pero inferior al condensador proporcionado dentro de la columna de relleno -202-) y una vez estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min y el líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento -204- a través desde una línea -23- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -202-. Un componente de la fase gaseosa dentro de la columna de relleno -202- se condensó en un condensador -203- mantenido a aproximadamente 100°C y el componente resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento -205- desde una línea -21-. La cantidad de líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento -204- fue de 3.588 g. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-terc-amil-fenol a una relación estequiométrica de 7,9 veces y di(4-terc-amilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,013 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-terc-amilfenil) éster), y contenía 0,038 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-terc-amilfenil) ésteres. Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-terc-amilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilbis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 90%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -205-, se descubrió que era una mezcla de 4-terc-amilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 142 g (2,37 mol) y el contenido de 4-terc-amilfenol fue de 1.977 g (12,0 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde una línea -22- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -202- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,42 g (24,7 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,003 mmol.

25 Cuando se continuó la etapa (15-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (15-2): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 5, con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa, se cargó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 15, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 5 en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina desde la línea -80- a la velocidad de aproximadamente 860 g/h.

Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 99 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de dicitclohexilmetano que contenía 30 ppm de 4-terc-amilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 16]

Etapa (16-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se mezclaron 445 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 5.579 g de 4-terc-amilfenol y 502 g de urea para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento del ejemplo 15 con la excepción de que se calentó de la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a 13 kPa, manteniendo el condensador a 100°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 204 fue de 4.025 g. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-terc-amilfenol en una relación estequiométrica de 6,39 veces y ácido di(4-terc-amilfenil)carbónico en una relación estequiométrica de 0,011 veces sobre la base de (4-terc-amilfenil)éster del ácido 3-((4-terc-amilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,040 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-terc-amilfenil)ésteres del ácido 3-((4-terc-amilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, el rendimiento de (4-terc-amilfenil)éster del ácido 3-((4-terc-amilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 92%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 4,9 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -205-, se descubrió que era una mezcla de 4-terc-amilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 236 g (3,94 mol) y el contenido de 4-terc-amilfenol fue de 2.231 g (13,6 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -22- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -202- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado,

la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,42 g (24,9 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,01 mmol.

- 5 Cuando se continuó la etapa (16-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (16-2): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

- 10 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 5, con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa, se cargó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 16, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 5, en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina desde la línea -80- a la velocidad de aproximadamente 910 g/h.

- 15 Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 106 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de dicitclohexilmetano que contenía 1.100 ppm de 4-terc-amilfenol. Se observó decoloración cuando el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno.

[Ejemplo 17]

- 25 Etapa (17-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

- 30 Se mezclaron 397 g de 4,4'-metilendianilina, 8.250 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol 601 g de urea para preparar una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento del ejemplo 15 con la excepción de que se calentó de la columna de relleno -102- a 260°C, se estableció la presión interna a 13 kPa, manteniendo el condensador a 90°C y la introducción de la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,3 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -204- fue de 4.025 g. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol en una relación estequiométrica de 12,2 veces y ácido di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbónico en una relación estequiométrica de 0,0083 veces sobre la base de N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster y contenía 0,046 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)ésteres. Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 91%.
- 40 Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -205-, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametil-butil)fenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 402 g (6,70 mol) y el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol fue de 2.887 g (14,0 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -22- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -202- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,24 g (14,2 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 5,68 mmol.

- 50 Cuando se continuó la etapa (17-1), la línea -5- se obstruyó tras -202- días.

Etapa (17-2): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

- 55 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 5, con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa, se cargó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 17, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 5, al tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina desde la línea -80- a la velocidad de aproximadamente 1.480 g/h.

- 60 Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 92 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 40 ppm de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.



## [Ejemplo 18]

## Etapa (18-1): Producción de (p-heptilfenil)carbamato

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de que se utilizaron 14.629 g de p-heptilfenol en lugar de 4-fenilfenol, utilizando 959 g de urea y llevando a cabo la reacción durante 17 horas. Cuando se retiró una parte del líquido de reacción y se analizó mediante cromatografía de líquidos, se confirmó la formación de (p-heptilfenil)carbamato. El rendimiento fue de aproximadamente el 78% basado en la cantidad cargada de urea.

## Etapa (18-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se añadieron 442 g de hexametildiamina a la solución obtenida en la etapa (18-1), seguido de agitación para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento del ejemplo 15 con la excepción de que se utilizó esta solución de materia prima, se calentó la columna de relleno -202- a 220°C, se estableció la presión interna a aproximadamente 10 kPa, manteniendo el condensador a 60°C e introduciendo la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. Se recuperaron 8.953 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -204-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía p-heptilfenol en una relación estequiométrica de 10,9 veces y di(p-heptilfenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,0076 veces sobre la base de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) y contenía 0,310 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 86%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 9,7 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -205-, se descubrió que era una mezcla de p-heptilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 147 g (2,46 mol) y el contenido de p-heptilfenol fue de 4.036 g (21,0 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -22- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento 205 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,12 g (7,3 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,66 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (18-1) y (18-2), la línea -5- se obstruyó tras 298 días.

## [Ejemplo 19]

## Etapa (19-1): Producción de (p-heptilfenil)carbamato

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 23.

Se cargó un líquido mixto de 3,29 kg de urea y 54,2 kg de p-heptilfenol en un tanque de almacenamiento 401. Una columna de relleno 302 rellena con un relleno (Helipack No. 3), que tenía un diámetro interno de 20 mm y con una altura de 1.500 mm se calentó a 150°C y la presión dentro de la columna se fijó a 50 kPa. La mezcla de urea y p-heptilfenol se alimentó desde el tanque de almacenamiento 401 hasta la columna de relleno 302 y el líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento 306 a través desde una línea -32- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno 302. Un componente de fase gaseosa se introdujo en un condensador -303- a través desde una línea -31- desde la parte superior de la columna de relleno 302, el condensado se calentó a reflujo a una columna de relleno 402 y se recuperó el amoníaco gaseoso a partir desde una línea -43-. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento 306 mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una mezcla que contenía el 22,8% en peso de (p-heptilfenil)carbamato.

## Etapa (19-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se siguió utilizando el aparato mostrado en la figura 23.

La mezcla en el tanque de almacenamiento 306 se cargó en un tanque de agitación -308- calentado a 120°C con una línea -36- cerrada. Con agitación del tanque de agitación -38-, se suministraron 1,82 kg de hexametildiamina desde un tanque de almacenamiento 307 al tanque de agitación -308- a través desde una línea -35- a una velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar de suministrar la hexametildiamina, se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 2 horas, seguido de obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 5,3% en peso de 1,6-hexanobisurea.

La línea -36- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió a un tanque de almacenamiento 309 a

través de la línea -36-.

Etapa (19-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

5 Se siguió utilizando el aparato mostrado en la figura 23.

Una columna de relleno -310- con un relleno (Helipack Nº 3), que tenía un diámetro interno de 40 mm y que tenía una altura de 4.000 mm, se calentó a 240°C, se fijó la presión dentro de la columna a 26 kPa, y el líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) se alimentó a una velocidad de aproximadamente 2,0 g/min desde una línea -37- proporcionada en la columna de relleno -310-. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, la muestra en ese momento fue descartada. La cantidad de líquido de reacción después de que la reacción alcanzó un estado de equilibrio fue de aproximadamente 55,5 kg. El líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento -315- a través desde una línea -320- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno 310. Se condensó un componente de la fase gaseosa a partir desde una línea -38- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -310- con un condensador -311- mantenido a aproximadamente 85°C y el componente de la fase líquida resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento -313- a través de un separador de gas-líquido 312. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -313- fue de aproximadamente 12,0 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía p-heptilfenol a una relación estequiométrica de 13,8 veces y di(p-heptilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0021 veces sobre la base de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) y contenía 0,0089 veces un compuesto que contenía N basado en el número de N,N'-hexanodil- di(ácido carbámico(p-heptilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico-bis(p-heptilfenil) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 97%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 6,7 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -313-, se descubrió que era una mezcla de p-heptilfenol, urea y p-(heptilfenil)carbamato, el contenido de p-heptilfenol fue de 6,82 kg (35,5 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 108 g (1,80 mol) y el contenido de (p-heptilfenil)carbamato fue de 5,13 kg (21,8 mol).

30 Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido -312- a través desde una línea -39- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,176 g (10,3 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 2,06 mmol.

35 Cuando se continuaron las etapas (19-1) a (19-3), la línea -5- se obstruyó tras 241 días.

Etapa (19-4): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

40 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (19-3) fue de 120 ppm. A la mezcla se le añadieron 2,65 kg de p-heptilfenol y 0,64 kg de urea y se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-1). Se añadieron 1,12 kg de hexametildiamina al líquido de reacción, seguido de la realización del mismo procedimiento que en la etapa (19-2) para obtener una solución que contenía el 5,35% en peso de hexametilbisurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-3) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (19-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) y el rendimiento del ácido N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 97%.

50 Etapa (19-5): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

55 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 19, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.770 g/h.

60 Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente -104- g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 210 ppm de 4-heptilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

65

[Ejemplo 20]

Etapa (20-1): Producción de (4-cumilfenil)carbamato

5 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 23.

Se utilizó el mismo procedimiento que en la etapa (19-1) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizaron 41,9 kg de 4-cumilfenol en lugar de p-heptilfenol y se utilizaron 1,85 kg de urea. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento 306 mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una  
10 mezcla que contenía el 18,2% en peso de (4-cumilfenil)carbamato.

Etapa (20-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-2) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizó la  
15 mezcla obtenida en la etapa (20-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1) y se suministraron 2,10 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina en lugar de hexametildiamina a una velocidad de aproximadamente 17 g/min.

Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que contenía el  
20 6,8% en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

Etapa (20-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-3) con la excepción de que se calentó la columna de  
25 relleno 310 a 240°C, se estableció la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 120°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (20-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 2,2 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 34,6 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- fue de 38,4 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado en el  
30 tanque de almacenamiento -315- mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico a una relación estequiométrica de 11,9 veces y di(4-heptilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0015 veces sobre la base de éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,010 veces un compuesto que  
35 contenía N basado en el número de ésteres (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, el rendimiento de éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilurea fue de aproximadamente el 96%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 5,7 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-cumilfenol, urea y (4-cumilfenil)carbamato, el contenido de 4-cumilfenol fue de 5,73 kg (27,0 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 32 g (0,54 mol) y el contenido de (4-cumilfenil)carbamato fue de 1,50 kg (5,91 mol).

Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 a través de la línea -39- se  
45 recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,180 g (10,6 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0985 mmol.

50 Cuando se continuaron las etapas (20-1) a (20-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (20-4): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

55 La mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (20-3) contenía 1.900 ppm de amoníaco. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (20-1), con la excepción de que, a la mezcla, se le añadieron 36,2 kg de 4-cumilfenol y 1,50 kg de urea para obtener una solución que contenía (4-cumilfenil)carbamato. Se realizó el mismo procedimiento que en la etapa (20-2) añadiendo la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (20-3) a la solución, seguido de la adición posterior de 2,10 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina para obtener una solución que contenía el 5,3% en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-3) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (19-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- contenía éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el  
60 rendimiento de éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 97%.  
65

Etapa (20-5): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

5 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 20, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.430 g/h.

10 Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 87 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isofozona que contenía 90 ppm de 4-cumilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 21]

Etapa (21-1): Producción de (4-dodecilfenil)carbamato

20 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 23.

Se utilizó el mismo procedimiento que en la etapa (19-1) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizaron 44,0 kg de p-dodecilfenol en lugar de 4-heptilfenol y se utilizaron 1,57 kg de urea. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento 306 mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una mezcla que contenía el 17,7% en peso de (p-dodecilfenil)carbamato.

Etapa (21-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

30 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-2) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizó la mezcla obtenida en la etapa (21-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1) y se suministraron 1,28 kg de 2,4-toluendiamina en lugar de hexametildiamina a una velocidad de aproximadamente 12 g/min.

35 Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que contenía el 4,2% en peso de 2,4-toluendiamina.

Etapa (21-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

40 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-3) con la excepción de que se calentó la columna de relleno 310 a 210°C, se estableció la presión interna a 33 kPa, manteniendo el condensador a 60°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (21-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 2,5 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 31,4 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- fue de 37,0 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster), y p-dodecilfenol a una relación estequiométrica de 14,7 veces y di(p-dodecilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0005 veces sobre la base de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) y contenía 0,020 veces un compuesto que contenía N basado en el número de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 81%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 5,9 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-dodecilfenol, urea y (p-dodecilfenil)carbamato, el contenido de 4-dodecilfenol fue de 7,57 kg (28,9 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 67,5 g (1,12 mol) y el contenido de (p-dodecilfenil)carbamato fue de 1,89 kg (6,20 mol).

60 Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido -312- a través de la línea -39- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,138 g (8,10 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0024 mmol.

65 Cuando se continuaron las etapas (21-1) a (21-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (21-4): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla

obtenida en condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (21-3) fue de 2.200 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (21-1) añadiendo 37,2 kg de p-dodecilfenol y 1,16 kg de urea a la mezcla. Se añadieron 1,30 kg de 2,4-toluendiamina al líquido de reacción resultante, seguido de la realización del mismo procedimiento que en la etapa (21-2) para obtener una solución que contenía el 4,2% en peso de 2,4-toluendiurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (21-3) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (21-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- contenía di(p-dodecilfenil)éster del ácido tolueno-2,4-dicarbámico y el rendimiento de 2,4-tolueno-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 73%.

Etapa (21-5): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 21, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 2.350 g/h.

Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 68 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 25 ppm de p-dodecilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

Aunque las etapas (21-1) a (21-3) mencionadas anteriormente se repitieron cinco veces, no se produjo obstrucción de la línea -39-.

[Ejemplo 22]

Etapa (22-1): Producción de (4-dodecilfenil)carbamato

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 23.

Se utilizó el mismo procedimiento que en la etapa (19-1) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizaron 161,8 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol en lugar de 4-heptilfenol y se utilizaron 1,29 kg de urea. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento 306 mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una mezcla que contenía el 1,90% en peso de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbamato.

Etapa (22-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-2) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizó la mezcla obtenida en la etapa (22-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1) y se suministraron 1,42 kg de 4,4'-metilendianilina en lugar de hexametildiamina a una velocidad de aproximadamente 17 g/min.

Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que contenía el 0,64% en peso de 4,4'-metanodiil-difenilurea.

Etapa (22-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-3) con la excepción de que se calentó la columna de relleno -310- a 210°C, se estableció la presión interna a 33 kPa, manteniendo el condensador a 90°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (22-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 25 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 65,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- fue de 51,1 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster), y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol a una relación estequiométrica de 210 veces y di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0011 veces sobre la base de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y contenía 0,013 veces un compuesto que contenía N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 79%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de

almacenamiento -313-, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol, urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbamato, el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol fue de 13,5 kg (65,6 mol), el contenido de urea fue de 61,5 g (1,02 mol) y el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbamato fue de 1,91 kg (7,68 mol).

5 Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido -312- a través de la línea -39- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,068 g (4,02 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0624 mmol.

10 Cuando se continuaron las etapas (22-1) a (22-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

15 Etapa (22-4): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

20 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (22-3) fue de 33 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (22-1) añadiendo 148,9 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 0,27 kg de urea a la mezcla. Se añadieron 1,29 kg de 4,4'-metilendianilina al líquido de reacción resultante, seguido de la realización del mismo procedimiento que en la etapa (22-2) para obtener una solución que contenía el 0,064% en peso de 4,4'-metanodilfenilurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (22-3) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (22-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- contenía éster di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenílico) del ácido N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-biscarbámico y el rendimiento de éster di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenílico) del ácido N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-biscarbámico basado en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 80%.

25 Etapa (22-5): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

30 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 5, con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa, se cargó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- al ejemplo 22, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 5 en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a través de la línea -80- a la velocidad de aproximadamente 6.500 g/h.

35 Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 17 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 160 ppm de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

40 [Ejemplo 23]

45 Etapa (23-1): Producción de (4-dodecilfenil)carbamato

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 23.

50 Se utilizó el mismo procedimiento que en la etapa (19-1) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizaron 43,3 kg de 4-etilfenol en lugar de 4-heptilfenol y se utilizaron 2,13 kg de urea. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento 306 mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una mezcla que contenía el 13,0% en peso de (4-etilfenil)carbamato.

55 Etapa (23-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-2) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizó la mezcla obtenida en la etapa (23-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1) y se suministraron 2,20 kg de anilina en lugar de hexametildiamina a una velocidad de aproximadamente 10 g/min.

60 Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que contenía el 8,0% en peso de N-fenilurea.

65 Etapa (23-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-3) con la excepción de que se calentó la columna de

relleno 310 a 220°C, se estableció la presión interna a la presión atmosférica (atmósfera de nitrógeno), manteniendo el condensador a 60°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (23-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 45,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- fue de 29,9 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster (4-etilfenílico) del ácido N-fenilcarbámico y 4-etilfenol a una relación estequiométrica de 11,9 veces y di(4-etilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0001 veces sobre la base de éster (4-etilfenílico) del ácido N-fenilcarbámico y contenía 0,0082 veces un compuesto que contenía N basado en el número de ésteres (4-etilfenílico) del ácido N-fenilcarbámico. Además, el rendimiento de éster (4-etilfenílico) del ácido N-fenilcarbámico basado en anilina fue de aproximadamente el 80%. El líquido de reacción contenía 6,1 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-etilfenol, urea y (4-etilfenil)carbamato, el contenido de 4-etilfenol fue de 13,8 kg (113 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 161 g (2,68 mol) y el contenido de (4-etilfenil)carbamato fue de 2,06 kg (12,5 mol).

Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido -312- a través de la línea -39- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,195 g (11,5 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0007 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (23-1) a (23-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (23-4): Condensación de mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 30.

El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (23-3) se cargó en un tanque de agitación -1108-. El tanque de agitación -1108- se calentó a 160°C y la presión interna se ajustó a 2 kPa para eliminar los compuestos hidroxilados aromáticos. Un compuesto hidroxilado aromático en forma de 4-etilfenol se condensó en un condensador -1105- a través desde una línea -B4- y se recuperó en un tanque de almacenamiento -1107-. A continuación, se añadieron 1,14 kg de metilal (formaldehído-dimetilacetal) de un tanque de almacenamiento -1100-, 4,70 kg de nitrobenzol de un tanque de almacenamiento -1101- y 5,6 kg del ácido sulfúrico de un tanque de almacenamiento -1102- al tanque de agitación -1108-, seguido de calentamiento durante 10 horas a 100°C mientras se agitaba el tanque de agitación -1108-. El interior del tanque de agitación -1108- se mantuvo a continuación a 100°C y la presión interna se redujo a 1 kPa para separar por destilación el disolvente y las sustancias sin reaccionar. Cuando el compuesto resultante se analizó mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que era una mezcla que contenía aproximadamente el 55% en peso de N,N'-(metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(4-etilfenil)éster). Se añadieron aproximadamente 5,1 kg de 4-terc-amil-fenol a este compuesto para obtener una solución homogénea y la solución se transfirió a un tanque de almacenamiento -1104-.

Etapa (23-5): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster -O-Arílico del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 29.

Un aparato de destilación en película fina -1002- (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área de superficie conductora del calor de 0,2 m<sup>2</sup> se calentó a 260°C y la presión dentro del aparato de destilación en película fina se fijó a aproximadamente 1,5 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1104- en la etapa (23-4) se colocó en un tanque de almacenamiento -1001- y se suministró al aparato de destilación de película fina a una velocidad de aproximadamente 1.200 g/h a través de una línea -A1-. Se extrajo un componente líquido de una línea -A2- proporcionada en la parte inferior del aparato de destilación de película fina -1002- y se recuperó en un tanque de almacenamiento -1003-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -1003- se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina -1002- a través desde una línea -A3-. Se extrajo un componente gaseoso de una línea -A4- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación de película fina -1002-. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -1004- y los componentes de punto de ebullición bajo se separaron por destilación. Se suministró un componente en fase líquida a una columna de destilación -1009- a partir desde una línea -A8- proporcionada en una parte de la columna de destilación -1004- inferior a la línea de alimentación y además se sometió a separación por destilación. Se suministró el componente en fase líquida a una columna de destilación -1014- a partir desde una línea -A12- proporcionada en una parte de la columna de destilación -1009- inferior a la línea de alimentación y, además, se sometió a separación por destilación.

Se extrajo un componente gaseoso a partir desde una línea -A13- proporcionado en la parte superior de la columna de destilación -1014- y se condensó en un condensador -1015- y el condensado se recuperó en un tanque de almacenamiento -1019-. Cuando el condensado se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que era una solución que contenía aproximadamente el 99% en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano (MDI). El rendimiento basado en anilina fue de aproximadamente el 48%.

[Ejemplo 24]

Etapa (24-1): Producción de (4-nonilfenil)carbamato

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 23.

Se utilizó el mismo procedimiento que en la etapa (19-1) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizaron 38,3 kg de 4-nonilfenol en lugar de p-heptilfenol y se utilizaron 2,19 kg de urea. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento -306- mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una mezcla que contenía el 24,1% en peso de (4-nonilfenil)carbamato.

Etapa (24-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-2) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizó la mezcla obtenida en la etapa (24-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1) y se suministraron 1,83 kg de 4,4'-metilendibis(ciclohexilamina) en lugar de hexametildiamina a una velocidad de aproximadamente 12 g/min.

Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que contenía el 6,0% en peso de 4,4'-metanodil-diciclohexildiurea.

Etapa (24-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-3) con la excepción de que se calentó la columna de relleno -310- a 250°C, se estableció la presión interna a 20 kPa, manteniendo el condensador a 60°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (24-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 1,9 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 39,8 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- fue de 24,8 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) y 4-nonilfenol a una relación estequiométrica de 11,6 veces y di(4-nonilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,005 veces basándose en contenía N,N'-(4,4'-metanodil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster), y contenía 0,011 veces un compuesto que contiene N basándose en el número de carbamato de di(4-nonilfenil)-4,4'-metilendiciclohexilo. Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilendibis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 94%. El líquido de reacción contenía 9,8 ppm de amoníaco.

Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -313-, se descubrió que era una mezcla de 4-nonilfenol, urea y (4-nonilfenil)carbamato, el contenido de 4-nonilfenol fue de 9,93 kg (45,1 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 70,8 g (1,18 mol) y el contenido de (4-nonilfenil)carbamato fue de 4,69 kg (17,8 mol).

Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido -312- a través de la línea -39- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,119 g (7,01 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,070 mmol.

Etapa (24-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 5 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa, se cargó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 24, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 5 y se suministró al aparato de destilación en película fina a través de la línea -80- a la velocidad de aproximadamente 1.330 g/h.

Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 87 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y



5 cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de dicitclohexilmetano que contenía 160 ppm de 4-nonilfenol.

5 Cuando se continuaron las etapas (24-1) y (24-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

[Ejemplo 25]

10 Etapa (25-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 24.

15 Una mezcla de 3,00 kg de carbamato de fenilo (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y 15,3 kg de 1-hexanol (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) se alimentó desde un tanque de almacenamiento 400 a un tanque de agitación -403- con la línea -43- y una línea -48- cerrada. El tanque de agitación -403- se calentó a 100°C y se inició la agitación. Se suministraron 1,38 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina desde el tanque de almacenamiento -401- al tanque de agitación -403- a través desde una línea -41- a la velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar el suministro de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, el líquido de reacción se agitó durante aproximadamente 2 horas y, como resultado de la toma de muestras del líquido de reacción y el análisis por cromatografía de líquidos, se descubrió que se había formado 3-(ureidometil)-3,5,5-trietilciclohexilurea.

25 A continuación, se alimentaron 33,3 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametil-butil)fenol desde un tanque de almacenamiento -402- al tanque de agitación -403-. La línea -48- se abrió para reducir la presión del tanque de agitación -403- a aproximadamente 6 kPa para separar por destilación 1-hexanol a presión reducida desde una línea -49-. El 1-hexanol destilado se condensó en un condensador 411 a través de la línea -48- y se recuperó en un tanque de almacenamiento 413.

30 Tras la destilación del 1-hexanol, la solución en el tanque de agitación -403- se transfirió a un tanque de almacenamiento 404.

Etapa (25-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se siguió utilizando el aparato mostrado en la figura 24.

35 Una columna de relleno -405- rellena con un relleno (Helipack Nº 3) y que tenía un diámetro interno de 40 mm se calentó a 240°C, se fijó la presión dentro de la columna a 26 kPa y el condensador se mantuvo a 60°C. El líquido de reacción obtenido en la etapa (25-1) se alimentó a una velocidad de aproximadamente 1,8 g/min desde una línea -44- proporcionada en la columna de relleno -405-. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, la muestra en ese momento fue descartada. La cantidad de líquido de reacción después de que la reacción alcanzara un estado estacionario fue de aproximadamente 32,9 kg. El líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento 410 a través desde una línea -46- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -405-. Un componente de la fase gaseosa se condensó a partir desde una línea -45- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -405- con un condensador 406 mantenido a aproximadamente 85°C, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento 409 a través de un separador gas-líquido -408-. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 410 fue de aproximadamente 19,9 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 410 se analizó por cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenílico del ácido 3-((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol a una relación estequiométrica 10,0 veces y di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0015 veces basándose en éster 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenílico del ácido 3-((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,010 veces un compuesto que contiene N basándose en el número de ésteres 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil del ácido 3-((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, el rendimiento de éster 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenílico del ácido 3-((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 91%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 8,2 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 409, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol, urea, (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbamato y carbamato de fenilo, el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol fue de 12,7 kg (61,7 mol), el contenido de urea fue de 32,4 g (0,54 mol), el contenido de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbamato fue de 0,357 kg (1,43 mol) y el contenido de carbamato de fenilo fue de 0,337 kg (2,46 mol). Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 408 a través desde una línea -47- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,121 g (7,10 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos

carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0030 mmol.

5 Cuando se continuaron las etapas (25-1) y (25-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

[Ejemplo 26]

10 Etapa (26-1): Producción de un éster del ácido carbámico

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 25.

15 Se cargó un líquido mixto de 2,84 kg de urea y 48,7 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol en un tanque de almacenamiento -501-. Una columna de relleno -502- rellena con un relleno (Helipack No. 3) y que tenía un diámetro interno de 20 mm se calentó a 150°C y la presión dentro de la columna se fijó en 50 kPa. La mezcla de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol se alimentó desde el tanque de almacenamiento -501- hasta la columna de relleno -502- y el líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento -506- a través desde una línea -52- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -502-. Un componente de fase gaseosa se introdujo en un condensador -503- a través desde una línea -51- desde la parte superior de la columna de relleno -502-, el condensado se calentó a reflujo a una columna de relleno -502- y se recuperó el amoníaco gaseoso a partir desde una línea -53-. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento -506- mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una mezcla que contenía el 23,2% en peso de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbamato.

25 Etapa (26-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se siguió utilizando el aparato mostrado en la figura 25.

30 La mezcla en el tanque de almacenamiento -506- se cargó en un tanque de agitación -509- calentado a 120°C con una línea -57- cerrada. Se suministraron 34 kg de 2-isopropilfenol desde un tanque de almacenamiento -508- al tanque de agitación -509- a través desde una línea -56-. Mientras se agitaba el tanque de agitación -509-, se suministraron 1,83 kg de hexametildiamina desde el tanque de almacenamiento -507- al tanque de agitación 509 a través desde una línea -55- a una velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar de suministrar la hexametildiamina, se llevó a cabo la agitación durante aproximadamente 2 horas seguida de muestreo del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 5,2% en peso de 1,6-hexametilendiurea.

35 La línea -57- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió a un tanque de almacenamiento 510 a través de la línea -57-.

40

Etapa (26-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se siguió utilizando el aparato mostrado en la figura 25.

45 Una columna de relleno -511- rellena con un relleno (Helipack N° 3) y que tenía un diámetro interno de 40 mm se calentó a 240°C, se fijó la presión dentro de la columna a 26 kPa y un condensador se mantuvo a 90°C. El líquido de reacción obtenido en la etapa (26-2) se alimentó a una velocidad de aproximadamente 2,2 g/min desde una línea -58- proporcionada en la columna de relleno -511-. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, la muestra en ese momento fue descartada. La cantidad de líquido de reacción alimentada después de que la reacción alcanzó un estado de equilibrio fue de aproximadamente 39,8 kg. El líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento -516- a través de una línea -61- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -511-. Se condensó un componente de la fase gaseosa a partir desde una línea -59- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -511- con un condensador -513- mantenido a aproximadamente 85°C y el componente de la fase líquida resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento -514- a través de un separador de gas-líquido -513-. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -514- fue de aproximadamente 31,2 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -516- mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster), y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol a una relación estequiométrica de 0,0033 veces sobre la base de N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster) y contenía 0,0012 veces un compuesto que contenía N basado en el número de N,N'-hexanediil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) ésteres). Además, el rendimiento de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster del ácido N,N'-hexanediil-di(carbámico) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 94%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 6,9 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 514, se descubrió que era una mezcla de 2-isopropilfenol, urea y carbamato de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenilo, el contenido de 2-isopropilfenol fue de 3,91 kg (28,7 mol), el contenido de urea fue

65

de 1,64 kg (7,97 mol) y el contenido de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbamato fue de 2,67 kg (10,7 mol).

Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 513 a través desde una línea -60- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,140 g (8,25 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0032 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (26-1) a (26-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (26-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 28.

El aparato de destilación de película fina -802- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 26 se colocó en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.770 g/h a través de la línea -80-. Un componente líquido se extrajo de la línea -82- proporcionado en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -802- a través de la línea -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de hexametileno, 2-isopropilfenol y 4-heptilfenol se extrajo a partir desde una línea -81- proporcionada en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802-. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -804-, el 2-isopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida se introdujo en la columna de destilación -809- a través de la línea -88- proporcionada en una parte de la columna de destilación -804- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -809-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de hexametileno, se condensó en un condensador -810- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -809-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 90 ppm de 4-heptilfenol. Aunque el diisocianato de hexametileno se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 27]

Etapa (27-1): Producción de un éster del ácido carbámico

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (26-1) del ejemplo 26 con la excepción de que se utilizaron 2,26 kg de urea y 41,1 kg de 4-cumilfenol en lugar de 4-(1,1,3,3- tetrametilbutil)fenol. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento -506- mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una mezcla que contenía el 22,5% en peso de (4-cumilfenil)carbamato.

Etapa (27-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (26-2) del ejemplo 26 con la excepción de que se utilizó el líquido de reacción obtenido en la etapa (27-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-1), se utilizaron 8,82 kg de 2-terc-amilfenol en lugar de 2-isopropilfenol y se suministraron 1,84 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina en lugar de hexametilendiamina a una velocidad de aproximadamente 21 g/min. Después de finalizar el suministro de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, se llevó a cabo la agitación durante aproximadamente 3 horas seguido de muestreo del líquido de reacción. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que contenía el 5,1% en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

La línea -57- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento -510- a través de la línea -57-.

Etapa (27-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (26-3) del ejemplo 26 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -511- a 240°C, se estableció la la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 60°C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (27-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-2) a la velocidad de aproximadamente 1,9 g/min. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado

5 inestable, se descartó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentada después de que la reacción había alcanzado un estado estacionario fue de aproximadamente 51,1 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -516- fue de 38,1 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 se analizó por cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, y 4-cumilfenol en una relación estequiométrica de 15,3 veces y di(4-cumilfenil)carbonato en una relación estequiométrica de 0,0024 veces sobre la base de éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,0010 veces un compuesto que contiene N en función del número de ésteres (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, el rendimiento de éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 95%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 4,9 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 514, se descubrió que era una mezcla de 2-terc-amilfenol, 4-cumilfenol, urea y (4-cumilfenil)carbamato, el contenido de 2-terc-amilfenol fue de 8,20 kg (49,9 mol), el contenido de 4-cumilfenol fue de 0,526 kg (2,48 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 62,3 g (1,04 mol) y el contenido de (4-cumilfenil)carbamato fue de 3,79 kg (14,8 mol).

20 Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 513 a través de la línea -60- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,141 g (8,31 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0025 mmol.

25 Cuando se continuaron las etapas (27-1) a (27-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

30 Etapa (27-4): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

35 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 514 en la etapa (27-3) fue de 2.900 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (27-1) añadiendo 37,6 kg de 4-cumilfenol y 1,14 kg de urea a la mezcla. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (27-2) añadiendo 1,70 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina al líquido de reacción resultante para obtener una solución que contenía el 5,1% en peso de isoforona bisurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (27-3) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (27-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 contenía éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente un 64%.

40 Etapa (27-5): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

45 La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 28.

50 El aparato de destilación de película fina -802- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -516- en el ejemplo 27 se colocó en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.830 g/h a través de la línea -80-. Un componente líquido se extrajo de la línea -82- proporcionado en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -802- a través de la línea -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de isoforona, 2-terc-amilfenol y 4-cumilfenol se extrajo a partir desde una línea -81- proporcionada en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802-. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -804-, el 2-terc-amilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida se introdujo en la columna de destilación -809- a través de la línea -88- proporcionada en una parte de la columna de destilación -804- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -809-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de isoforona, se condensó en un condensador -810- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -809-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h.

65 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 1 ppm de 4-cumilfenol. Aunque el diisocianato de hexametileno se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 28]

Etapa (28-1): Producción de un éster del ácido carbámico

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (26-1) del ejemplo 26 con la excepción de que se utilizaron 2,67 kg de urea y 42,7 kg de p-heptilfenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento -506- mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una mezcla que contenía el 23,4% en peso de (p-heptilfenil)carbamato.

Etapa (28-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (26-2) del ejemplo 26 con la excepción de que se utilizó el líquido de reacción obtenido en la etapa (28-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-1), se utilizaron 19,8 kg de 2,6-diisopropilfenol en lugar de 2-isopropilfenol y se suministraron 2,20 kg de 4,4'-metilendianilina en lugar de hexametildiamina a una velocidad de aproximadamente 15 g/min. Después de finalizar el suministro de 4,4'-metilendianilina, se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 1 hora, seguido de muestreo del líquido de reacción. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que contenía el 4,4% en peso de 4,4'-difenilmetanobisurea.

La línea -57- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 510 a través de la línea -57-.

Etapa (28-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (26-3) del ejemplo 26 con la excepción de que se calentó la columna de relleno 511 a 240°C, se estableció la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 60°C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (28-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-2) a la velocidad de aproximadamente 3,5 g/min. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descartó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentada después de que la reacción había alcanzado un estado estacionario fue de aproximadamente 63,4 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 fue de 38,9 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 se analizó por cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster (4-heptilfenílico) del ácido N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(carbámico) y 4-heptilfenol a una relación estequiométrica de 21,0 veces, 2,6-diisopropilfenol en una relación estequiométrica de 0,39 veces y di(p-heptilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0007 veces basándose en éster (4-heptilfenílico) del ácido N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(carbámico) y contenía 0,0092 veces un compuesto que contiene N en función del número de ésteres (4-heptilfenílico) del ácido N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(carbámico). Además, el rendimiento de éster (4-heptilfenílico) del ácido N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(carbámico) basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 83%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 7,6 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -514-, se descubrió que era una mezcla de 2,6-diisopropilfenol, p-heptilfenol, urea y (p-heptilfenil)carbamato, el contenido de 2,6-diisopropilfenol fue de 18,3 kg (103 moles), el contenido de p-heptilfenol fue de 0,582 kg (3,03 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 118 (1,97 mol) y el contenido de (p-heptilfenil)carbamato fue de 5,10 kg (21,7 mol).

Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 513 a través de la línea -60- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,157 g (9,25 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0009 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (28-1) a (28-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (28-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 29.

El aparato de destilación de película fina -1002- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 28 se colocó en un tanque de almacenamiento -1001- y se suministró al aparato de destilación de película fina a una velocidad de aproximadamente 2.140 g/h a través de la línea -A1-. Se extrajo un componente líquido de la línea -A2- proporcionada en la parte inferior del aparato de destilación de película fina -1002- y se

recuperó en el tanque de almacenamiento -1003-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -1003- se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina -1002- a través de la línea -A3-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de difenilmetano, 2,6-diisopropilfenol y p-heptilfenol se extrajo de la línea -A4- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación en película fina -1002-. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -1004-, el 2,6-diisopropilfenol se separó por destilación y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación -1004-, el 2,6-diisopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida, se alimentó a la columna de destilación -1009- a través de la línea -A8- proporcionada en una parte de la columna de destilación -1004- más baja que la parte de alimentación de la misma. El p-heptilfenol se separó por destilación en la columna de destilación -1009- y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación -1014- a través de la línea -A12- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1009- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -1014-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de difenilmetano, se condensó en un condensador -1015- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -1014-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -1019- a una velocidad de aproximadamente 92 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 190 ppm de p-heptilfenol.

[Ejemplo 29]

Etapa (29-1): Producción de un éster del ácido carbámico

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (26-1) del ejemplo 26 con la excepción de que se utilizaron 2,39 kg de urea y 23,7 kg de 4-fenilfenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento -506- mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una mezcla que contenía el 33,5% en peso de (4-fenilfenil)carbamato.

Etapa (29-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (26-2) del ejemplo 26 con la excepción de que se utilizó el líquido de reacción obtenido en la etapa (29-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-1), se utilizaron 5,74 kg de 2,4-di-terc-butilfenol en lugar de 2-isopropilfenol y se suministraron 1,95 kg de 4,4'-metilénbis(ciclohexilamina) en lugar de hexametilendiamina a una velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de finalizar el suministro de 4,4'-metilénbis(ciclohexilamina), se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 2 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que contenía el 7,89% en peso de 4,4'-metanodiilciclohexilurea.

La línea -57- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 510 a través de la línea -57-.

Etapa (29-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (26-3) del ejemplo 26 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -511- a  $240^\circ\text{C}$ , se estableció la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a  $60^\circ\text{C}$ , y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (29-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-2) a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descartó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentada después de que la reacción había alcanzado un estado estacionario fue de aproximadamente 30,5 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -516- fue de 38,9 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -516- se analizó por cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster (4-fenilfenílico) del ácido N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(carbámico) y 4-fenilfenol a una relación estequiométrica de 12,5 veces, 2,4-di-terc-butilfenol en una relación estequiométrica de 0,11 veces y di(4-fenilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0010 veces basándose en sobre la base de di(p-heptilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0007 veces basándose en N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico)(4-fenilfenil)éster) y contenía 0,011 veces un compuesto que contenía N basándose en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico)(4-fenilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico)(4-fenilfenil)éster basándose en 4,4'-metilénbis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 90%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 9,1 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 514, se descubrió que era una mezcla de 2,4-di-terc-butilfenol, 4-fenilfenol, urea y (4-fenilfenil)carbamato, el contenido de 2,4-di-terc-butilfenol fue de 5,13 kg (24,9 mol), el contenido de 4-fenilfenol fue de 0,358 kg (2,10 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 86 g (1,43 mol) y el contenido de (4-fenilfenil)carbamato fue de 4,16 kg (19,5 mol).

Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 513 a través de la línea -60- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para

analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,132 g (7,77 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 5,44 mmol.

- 5 Cuando se continuaron las etapas (29-1) a (29-3), la línea de descarga de amoníaco se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 183 días.

Etapa (29-4): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

- 10 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 514 en la etapa (29-3) fue de 21 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (29-1) añadiendo 42,1 kg de 4-fenilfenol y 1,39 kg de urea a la mezcla. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (29-2) añadiendo 1,90 kg de 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina) al líquido de reacción resultante para obtener una solución que contenía el 5,1% en peso de 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina). Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (29-3) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (29-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 contenía N,N'-(4,4'-metanodiol-difenil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiol-difenil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) basándose en 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 80%.

- 20 Etapa (29-5): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 29.

- 25 El aparato de destilación de película fina -1002- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 29 se colocó en un tanque de almacenamiento -1001- y se suministró al aparato de destilación de película fina a una velocidad de aproximadamente 1.370 g/h a través de la línea -A1-. Se extrajo un componente líquido de la línea -A2- proporcionada en la parte inferior del aparato de destilación de película fina -1002- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1003-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -1003- se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina -1002- a través de la línea -A3-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de dicitlohexilmetano, 2,4-di-terc-butilfenol y 4-fenilfenol se extrajo de la línea -A4- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación de película fina 1002. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -1004-, el 2,4-di-terc-butilfenol se separó por destilación y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación -1004-, el 2,6-diisopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida, se alimentó a la columna de destilación -1009- a través de la línea -A8- proporcionada en una parte de la columna de destilación -1004- más baja que la parte de alimentación de la misma. El 4-fenilfenol se separó por destilación en la columna de destilación -1009- y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación -1014- a través de la línea -A12- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1009- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -1014-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de difenilmetano, se condensó en un condensador -1015- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -1014-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -1019- a una velocidad de aproximadamente 115 g/h.

- 45 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -1019- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de dicitlohexilmetano que contenía 230 ppm de 4-fenilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

- 50 [Ejemplo 30]

Etapa (30-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

- 55 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se mezclaron 2,28 kg de hexametildiamina, 75,5 kg de p-heptilfenol, 13,4 kg de 2-isopropilfenol y 4,71 g de urea para obtener una solución de materia prima, se calentó la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 60°C e introduciendo la solución de materia prima a una velocidad de aproximadamente 1,0 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105- fue de 77,6 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-hexanodiol-di(ácido carbámico)(p-heptilfenil)éster), p-heptilfenol a una relación estequiométrica de 19,0 veces, 2-isopropilfenol a una relación estequiométrica de 0,109 veces y di(p-heptilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0022 veces basándose en N,N'-hexanodiol-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster), y contenía 0,008 veces un compuesto que contenía N basándose en el número de N,N'-hexanodiol-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodiol-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) basándose en hexametildiamina fue de

aproximadamente el 92%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 9,5 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 2-isopropilfenol, p-heptilfenol, urea y (p-heptilfenil)carbamato, el contenido de 2-isopropilfenol fue de 13,1 kg (96,1 mol), el contenido de p-heptilfenol fue de 2,26 kg (11,7 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 2,66 (44,4 mol) y el contenido de (p-heptilfenil)carbamato fue de 171 g (0,91 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,16 g (9,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,480 mmol.

Cuando se continuó la etapa (30-1), la línea -5- se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 309 días.

Etapa (30-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (30-1) fue de 40 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (30-1) añadiendo 73,2 kg de 4-heptilfenol, 1,99 kg de urea y 2,28 kg de hexametildiamina a la mezcla para obtener una solución de materia prima. La cantidad del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 77,6 kg. El líquido de reacción contenía ácido N,N'-hexanodilo-dicarbámico bis(4-t-heptilfenil) y el rendimiento del ácido N,N'-hexanodil-dicarbámico-bis(4-heptilfenil) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 86%.

Etapa (30-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 27.

El aparato de destilación de película fina -802- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 30 se colocó en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 2.430 g/h a través de la línea -80-. Un componente líquido se extrajo de la línea -82- proporcionado en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -802- a través de la -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de hexametileno, 2-isopropilfenol y 4-heptilfenol se extrajo a partir desde una línea -81- proporcionada en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802-. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -804- y el 2-isopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida se introdujo en la columna de destilación -809- a través de la línea -88- proporcionada en una parte de la columna de destilación -804- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -809-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de hexametileno, se condensó en un condensador -810- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -809-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 89 ppm de 4-heptilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 31]

Etapa (31-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se mezclaron 2,32 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 35,8 kg de p-dodecilfenol, 12,1 kg de 2,6-diisopropilfenol y 3,27 g de urea para obtener una solución de materia prima, se calentó la columna de relleno -102- a 270°C, se estableció la presión interna a 74 kPa, manteniendo el condensador a 60°C e introduciendo la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,2 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105- fue de 40,1 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y p-dodecilfenol a una relación estequiométrica de 0,968 veces y di((p-dodecilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0001 veces basándose en éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,0001 veces un compuesto que contenía N basándose en el número de éster(p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-



dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, el rendimiento del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 93%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 8,8 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 2,6-diisopropilfenol, p-dodecilfenol, urea y p(dodecilfenil)carbamato, el contenido de 2,6-diisopropilfenol fue de 9,96 kg (55,9 mol), el contenido de p-dodecilfenol fue de 1,07 kg (4,09 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 1,82 kg (30,3) y el contenido de (p-dodecilfenil)carbamato fue de 162 g (0,62 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,209 g (12,3 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 9,84 mmol.

Cuando se continuó la etapa (31-1), la línea -5- se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 171 días.

Etapa (31-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (31-1) fue de 4.500 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (31-1) añadiendo 28,4 kg de p-dodecilfenol, 0,84 kg de urea y 1,91 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina a la mezcla para obtener una solución de materia prima. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 33,0 kg. El líquido de reacción contenía éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 72%.

Etapa (31-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 27.

El aparato de destilación de película fina -802- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 31 se colocó en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.220 g/h a través de la línea -80-. Un componente líquido se extrajo de la línea -82- proporcionado en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -802- a través de la -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de isoforona, 2,6-diisopropilfenol y p-dodecilfenol se extrajo a partir desde una línea -81- proporcionada en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802-. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -804- y el 2,6-isopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida se introdujo en la columna de destilación -809- a través de la línea -88- proporcionada en una parte de la columna de destilación -804- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -809-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de isoforona, se condensó en un condensador -810- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -809-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 81 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 53 ppm de p-dodecilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 32]

Etapa (32-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se mezclaron 1,22 kg de 2,4-toluendiamina, 21,2 kg de 4-cumilfenol, 7,50 kg de 2-terc-butilfenol y 1,56 kg de urea para obtener una solución de materia prima, se calentó la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a presión atmosférica (atmósfera de nitrógeno) e introduciendo la solución de materia prima a una velocidad de aproximadamente 1,3 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105- fue de 23,6 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se

descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía tolueno-2,4-di(ácido carbámico(2-terc-butilfenil) éster) y 4-cumilfenol a una relación estequiométrica de 9,8 veces, 2-terc-butilfenol a una relación estequiométrica de 1,10 veces y di(4-cumilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0009 veces sobre la base de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(2-terc-butilfenil)éster), y contenía 0,022 veces un compuesto que contenía N basado en el número de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(2-terc-butilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(2-terc-butilfenil)éster) basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 82%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 7,5 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 2,4-toluendiaminafenol, 4-cumilfenol, urea y (4-cumilfenil)carbamato, el contenido de 2-terc-butilfenol fue de 6,15 kg (49,9 mol), el contenido de 4-cumilfenol fue de 0,636 kg (3,00 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 0,738 kg (12,3 mol) y el contenido de (4-cumilfenil)carbamato fue de 53,2 g (0,25 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,251 g (14,8 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 1,33 mmol.

Cuando se continuó la etapa (32-1), la línea -5- se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 301 días.

Etapa (32-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (32-1) fue de 63 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (32-1) añadiendo 19,9 kg de 4-cumilfenol, 0,76 kg de urea y 1,18 kg de 2,4-toluendiamina a la mezcla para obtener una solución de materia prima. La cantidad de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento -105- fue de 33,0 kg. El líquido de reacción contenía tolueno-2,4-di(ácido carbámico(2-terc-butilfenil)éster) y el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(2-terc-butilfenil)éster) basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 94%.

Etapa (32-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 27.

El aparato de destilación de película fina -802- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 32 se colocó en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 2.190 g/h a través de la línea -80-. Un componente líquido se extrajo de la línea -82- proporcionado en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -802- a través de la -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de 2,4-tolileno, 2-terc-butilfenol y 4-cumilfenol se extrajo a partir desde una línea -81- proporcionada en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802-. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -804-, el 2-terc-butilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida se introdujo en la columna de destilación -809- a través de la línea -88- proporcionada en una parte de la columna de destilación -804- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -809-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de 2,4-tolileno, se condensó en un condensador -810- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -809-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 115 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 80 ppm de 4-cumilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 33]

Etapa (33-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se mezclaron 1,76 kg de 4,4'-metilendianilina, 15,1 kg de 4-fenilfenol, 4,37 kg de 2-terc-amilfenol y 1,33 kg de urea para obtener una solución de materia prima, se calentó la columna de relleno -102- a 260°C, se estableció la presión interna a 52 kPa, manteniendo el condensador a 60°C e introduciendo la solución de materia prima a una velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105-

fue de 17,6 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) y 4-fenilfenol a una relación estequiométrica de 9,8 veces, 2-terc-amilfenol a una relación estequiométrica de 0,659 veces y di(4-fenilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0011 veces basándose en N,N'-4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) y contenía 0,0039 veces un compuesto que contenía N basándose en el número de N,N'-4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 82%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 4,6 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 2-terc-amilfenol, 4-fenilfenol, urea y (4-fenilfenil)carbamato, el contenido de 2-terc-amilfenol fue de 3,59 kg (21,7 mol), el contenido de 4-fenilfenol fue de 0,453 kg (2,66 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 0,-603- kg (10,0 mol) y el contenido de (4-fenilfenil)carbamato fue de 34,9 g (0,21 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,479 g (21,2 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 4,24 mmol.

Quando se continuó la etapa (33-1), la línea -5- se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 254 días.

Etapa (33-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (33-1) fue de 710 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (33-1) añadiendo 11,9 kg de 4-fenilfenol, 0,47 kg de urea y 1,44 kg de 4,4'-metilendianilina la mezcla para obtener una solución de materia prima. La cantidad del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 14,4 kg. El líquido de reacción contenía N,N'-4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster), y el rendimiento de N,N'-4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 93%.

Etapa (33-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 29.

El aparato de destilación de película fina -1002- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 33 se colocó en un tanque de almacenamiento -1001- y se suministró al aparato de destilación de película fina a una velocidad de aproximadamente 1.140 g/h a través de la línea -A1-. Se extrajo un componente líquido de la línea -A2- proporcionada en la parte inferior del aparato de destilación de película fina -1002- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1003-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -1003- se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina -1002- a través de la línea -A3-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de difenilmetano, 2-terc-amilfenol y 4-fenilfenol se extrajo de la línea -A4- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación en película fina -1002-. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -1004-, el 2-terc-amilfenol se separó por destilación y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1004, el 2,6-diisopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida, se alimentó a la columna de destilación -1009- a través de la línea -A8- proporcionada en una parte de la columna de destilación -1004- más baja que la parte de alimentación de la misma. El 4-fenilfenol se separó por destilación en la columna de destilación -1009- y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación -1014- a través de la línea -A12- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1009- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -1014-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de difenilmetano, se condensó en un condensador -1015- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -1014-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -1019- a una velocidad de aproximadamente 100 g/h.

Quando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -1019- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 110 ppm de 4-fenilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 34]

Etapa (34-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

- 5 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se mezclaron 1,11 kg de 4,4'-metilenebis(ciclohexilamina), 11,6 kg de 4-nonilfenol, 1,59 kg de 2-terc-butilfenol y 0,824 kg de urea para obtener una solución de materia prima, se calentó la columna de relleno -102- a 280°C, se estableció la presión interna a 78 kPa, manteniendo el condensador a 60°C e introduciendo la solución de materia prima a una velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105- fue de 13,1 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) y 4-nonilfenol a una relación estequiométrica de 9,2 veces, 2-terc-butilfenol a una relación estequiométrica de 0,227 veces y di(4-nonilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0035 veces basándose en N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) y contenía 0,0077 veces un compuesto que contenía N basándose en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilenebis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 88%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 6,3 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 2-terc-butilfenol, 4-nonilfenol, urea y (4-nonilfenil)carbamato, el contenido de 2-terc-butilfenol fue de 1,42 kg (9,50 mol), el contenido de 4-nonilfenol fue de 0,116 kg (0,53 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 0,326 kg (5,43 mol) y el contenido de (4-nonilfenil)carbamato fue de 24,4 g (0,11 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,339 g (20,0 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,033 mmol.
- 30 Cuando se continuó la etapa (34-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso cuando que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (34-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

- 35 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (34-1) fue de 510 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (34-1) añadiendo 10,5 kg de 4-nonilfenol, 0,41 kg de urea y 1,01 kg de 4,4'-metilenebis(ciclohexilamina) a la mezcla para obtener una solución de materia prima. La cantidad del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 11,9 kg. El líquido de reacción contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilenebis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 92%.

- 45 Etapa (34-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 29.

- 50 El aparato de destilación de película fina -1002- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 34 se colocó en un tanque de almacenamiento -1001- y se suministró al aparato de destilación de película fina a una velocidad de aproximadamente 1.240 g/h a través de la línea -A1-. Se extrajo un componente líquido de la línea -A2- proporcionada en la parte inferior del aparato de destilación de película fina -1002- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1003-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -1003- se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina -1002- a través de la línea -A3-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de dicitlohexilmetano, 2-terc-butilfenol y 4-nonilfenol se extrajo de la línea -A4- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación en película fina -1002-. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -1004-, el 2-terc-butilfenol se separó por destilación y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación -1004-, el 2,6-diisopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida, se alimentó a la columna de destilación -1009- a través de la línea -A8- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1004- más baja que la parte de alimentación de la misma. El 4-nonilfenol se separó por destilación en la columna de destilación -1009- y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación -1014- a través de la línea -A12- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1009- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -1014-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de dicitlohexilmetano, se condensó en un condensador -1015- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -1014-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -1019- a

una velocidad de aproximadamente 93 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -1019- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de dicitlohexilmetano que contenía 110 ppm de 4-nonilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 35]

10 Etapa (35-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 26.

15 Se mezclaron 41,84 kg de p-heptilfenol y 3.101 g de urea en un tanque de almacenamiento 601 calentado a  $120^\circ\text{C}$  con una línea -63- cerrada y la mezcla se transfirió a un tanque de agitación -603- (volumen de líquido interno: 80 l, equipado con deflectores) calentado a  $120^\circ\text{C}$ . Mientras se agitaba el tanque de agitación -603-, se suministraron 1,50 kg de hexametildiamina desde un tanque de almacenamiento -602- al tanque de agitación 604 a través desde una línea -62- a una velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar de suministrar la hexametildiamina, se llevó a cabo la agitación durante aproximadamente 2 horas, seguido por la obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 6,3% en peso de 1,6-hexametilendiurea.

20 La línea -63- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió a un tanque de almacenamiento -604- a través de la línea -63-.

25

Etapa (35-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se siguió utilizando el aparato mostrado en la figura 26.

30 Una columna de relleno -605- rellena con un relleno (Helipack N° 3) se calentó a  $240^\circ\text{C}$ , se fijó la presión dentro de la columna a 26 kPa y el condensador se mantuvo a  $60^\circ\text{C}$ . El líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) se alimentó a una velocidad de aproximadamente 1,5 g/min desde una línea -64- proporcionada en la columna de relleno -605-. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, la muestra en ese momento fue descartada. La cantidad de líquido de reacción alimentada después de que la reacción alcanzó un estado de equilibrio fue de aproximadamente 35,1 kg. El líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento -315- a través desde una línea -66- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -610-. Se condensó un componente de la fase gaseosa a partir desde una línea -65- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -605- con un condensador -605- mantenido a aproximadamente  $85^\circ\text{C}$  y el componente de la fase líquida resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento -609- a través de un separador de gas-líquido -606-. La cantidad de líquido de reacción recuperada en un tanque de almacenamiento 610 fue de aproximadamente 23,0 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-hexanoediil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) y p-heptilfenol a una relación estequiométrica de 8,4 veces y di(p-heptilfenil)carbonato a una relación estequiométrica 0,0053 veces sobre la base de N,N'-hexanoediil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) y contenía 0,0132 veces un compuesto que contenía N basado en el número de N,N'-hexanoediil-di(ácido carbámico(heptilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-hexanoediil-diácido carbámico-bis(p-heptilfenil) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 97%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 6,9 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -409-, se descubrió que era una mezcla de p-heptilfenol, urea y p-(heptilfenil)carbamato, el contenido de p-heptilfenol fue de 10,0 kg (52,0 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 1,19 kg (19,9 mol) y el contenido de (p-heptilfenil)carbamato fue de 0,515 kg (2,91 mol). Además, el gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través desde una línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,14 g (8,5 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,085 mmol.

60 Cuando se continuaron las etapas (35-1) y (35-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (35-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

65 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (35-2) fue de 70 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (35-1) añadiendo 12,8 kg de p-heptilfenol y 0,578 kg de urea a la mezcla, transfiriéndola al tanque de agitación -603- y utilizando 0,92 kg de

hexametildiamina. Se obtuvo una solución que contenía el 6,3% en peso de 1,6-hexanobisdiurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (35-2) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (35-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -610- contenía éster de N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) y el rendimiento del N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 97%.

Etapa (35-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -702- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 35, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.790 g/h.

Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 125 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 5 ppm de 4-heptilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 36]

Etapa (36-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se mezclaron 45,4 kg de 4-cumilfenol y 2,25 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 110°C con la línea -63- cerrada y la mezcla se transfirió al tanque de agitación -603- calentado a 100°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -603-, se suministraron 1,82 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina desde el tanque de almacenamiento -602- hasta el tanque de agitación -303- a través de la línea -62- a una velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar de suministrar la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 8 horas, seguida de obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 5,6% en peso de 3-ureidometil-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

La línea -63- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento -604- a través de la línea -63-.

Etapa (36-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (35-2) del ejemplo 35 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -605- a 220°C, se estableció la presión dentro de la columna a 8 kPa, manteniendo el condensador a 80°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (36-1) en lugar del líquido de reacción alimentado en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 40,5 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 27,1 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y 4-cumilfenol a una relación estequiométrica de 12,8 veces y di(4-cumilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0066 veces basándose en (éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,0211 veces un compuesto que contiene N basándose en el número de ésteres (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, el rendimiento de (éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basándose en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 90%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 10,5 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-cumilfenol, urea y (4-cumilfenil)carbamato, el contenido de 4-cumilfenol fue de 12,2 kg (57,5 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 0,765 kg (12,7 mol) y el contenido de (4-cumilfenil)carbamato fue de 0,169 kg (0,66 mol). Además, el gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,092 g (5,4 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0033 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (36-1) y (36-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (36-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

5 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (36-2) fue de 59 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (36-1) mediante la adición de 10,7 kg de 4-cumilfenol y 0,330 kg de urea a la mezcla, transfiriéndola al tanque de agitación -603- y utilizando 0,920 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina. Se obtuvo una solución que contenía el 5,6% en peso de 3-ureidometil-3,5,5-trimetilciclohexilurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (36-2) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (36-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (4-cumilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente un 90%. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 11 ppm.

15 Etapa (36-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

20 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -702- a 230°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 0,8 kPa y se suministró el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 36, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.910 g/h.

25 Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 118 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 10 ppm de p-cumilfenol.

30 [Ejemplo 37]

Etapa (37-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

35 Se mezclaron 49,3 kg de p-dodecilfenol y 3,38 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 90°C con la línea -63- cerrada y la mezcla se transfirió al tanque de agitación -603- calentado a 90°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -603-, se suministraron 1,53 kg de 2,4-toluendiamina desde el tanque de almacenamiento 62 al tanque de agitación -603- a través de la línea -62- a la velocidad de aproximadamente 15 g/min. Después de terminar de suministrar la 2,4-toluendiamina, se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 1 hora seguida de la obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 4,9% en peso de 2,4-toluendiurea.

40 La línea -63- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento -604- a través de la línea -63-.

45 Etapa (37-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

50 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (35-2) del ejemplo 35 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -605- a 210°C, se estableció la presión en el interior de la columna a 8 kPa, manteniendo el condensador a 80°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (37-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 48,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 36,1 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster), y p-dodecilfenol a una relación estequiométrica de 9,11 veces y di(p-dodecilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0035 veces sobre la base de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) y contenía 0,0012 veces un compuesto que contenía N basado en el número de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 90%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 29 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de p-dodecilfenol, urea y (p-dodecilfenil)carbamato, el contenido de p-dodecilfenol fue de 14,2 kg (54,2 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 1,62 kg (27,1 mol) y el contenido de (p-dodecilfenil)carbamato fue de 0,428 kg (1,40 mol). Además, el gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,108 g (6,38 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que

tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,572 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (37-1) y (37-2), la línea de descarga de amoníaco se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 303 días.

5 Etapa (37-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

10 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -609- en la etapa (37-2) fue de 86 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (37-1) añadiendo 12,2 kg de p-dodecilfenol y 0,105- kg de urea a la mezcla, transfiriéndola al tanque de agitación -603- y utilizando 0,820 kg de 2,4-toluendiamina. Se obtuvo una solución que contenía el 4,9% en peso de 2,4-toluendiurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (37-2) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (35-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía tolueno-2,4-di (ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster), y el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster), basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 89%. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 27 ppm.

20 Aunque las etapas (37-1) y (37-2) se repitieron cinco veces, no se produjo obstrucción de la línea -67-.

Etapa (37-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

25 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 210°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 37, en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 2.020 g/h.

30 Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente -102- g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -707- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 15 ppm de p-dodecilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

35 [Ejemplo 38]

Etapa (38-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

40 Se mezclaron 110,8 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 0,99 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 90°C con la línea -63- cerrada y la mezcla se transfirió al tanque de agitación -603- calentado a 90°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -603-, se suministraron 0,820 kg de 4,4'-metilendianilina desde el tanque de almacenamiento -602- al tanque de agitación -603- a través de la línea -62- a la velocidad de aproximadamente 10 g/min. Después de terminar de suministrar 4,4'-metilendianilina, se llevó a cabo agitación durante 45 aproximadamente 1 hora seguido de la obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 1,05% en peso de 4,4'-metanodiildifenildiurea.

50 La línea -63- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento -604- a través de la línea -63-.

Etapa (38-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

55 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (35-2) del ejemplo 35 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -605- a 200°C, se estableció la presión interna de la columna a 8 kPa, manteniendo el condensador a 90°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (38-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 13,2 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 47,7 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 31,9 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster), y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol a una relación estequiométrica de 8,4 veces y di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0046 veces sobre la base de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y contenía 0,0132 veces un compuesto que contenía N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster basándose en



4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 90%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea, el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol fue de 15,5 kg (75,8 mol) y el contenido de urea fue de aproximadamente 0,679 kg (11,3 mol). Además, el gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,0667 g (3,23 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,291 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (38-1) y (38-2), la línea de descarga de amoníaco se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 300 días.

Etapas (38-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (38-2) fue de 50 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (38-1) añadiendo 95,2 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 0,778 kg de urea a la mezcla, transfiriéndola al tanque de agitación -603- y utilizando 0,776 kg de 4,4'-metilendianilina. Se obtuvo una solución que contenía el 1,1% en peso de 4,4'-metanodiildifenildiurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (38-2) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (35-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) basado en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 90%.

Etapas (38-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 28.

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 5, con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 38 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 5 al tanque de almacenamiento -801- y suministrando al aparato de destilación en película fina a través de la línea -80- a la velocidad de aproximadamente 2.580 g/h.

Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 23 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 4,4'-difenilmetano, que contenía 120 ppm de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 39]

Etapas (39-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se mezclaron 43,5 kg de 4-terc-amilfenol y 3,61 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 80°C con la línea -63- cerrada y la mezcla se transfirió al tanque de agitación -603- calentado a 120°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -603-, se suministraron 1,12 kg de anilina desde el tanque de almacenamiento -602- al tanque de agitación -603- a través de la línea -62- a la velocidad de aproximadamente 10 g/min. Después de terminar de suministrar la anilina, se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 28 horas seguida de la obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 4,5% en peso de N-fenilurea.

La línea -63- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento -604- a través de la línea -63-.

Etapas (39-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (35-2) del ejemplo 35 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -605- a 200°C, se estableció la presión en el interior de la columna a 8 kPa, manteniendo el condensador a 100°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (39-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 42,6 kg. La

cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 27,2 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía ácido N-fenilcarbámico-(4-terc-amilfenilo) y 4-terc-amilfenol a una relación estequiométrica de 13,8 veces y di(4-terc-amilfenilo)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0046 veces sobre la base de N-fenilcarbámico-(4-terc-amilfenilo) y contenía 0,0189 veces un compuesto que contenía N basado en el número de N-fenilcarbámico-(4-terc-amilfenilo). Además, el rendimiento del ácido N-fenilcarbámico-(4-terc-amilfenil) basado en anilina fue de aproximadamente el 93%. El líquido de reacción contenía 4,9 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -609-, se descubrió que era una mezcla de 4-terc-amilfenol y urea, el contenido de 4-terc-amilfenol fue de 12,7 kg (77,9 mol) y el contenido de urea fue de aproximadamente 1,95 kg (32,4 mol). Además, el gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,117 g (6,87 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,206 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (39-1) y (39-2), la línea de descarga de amoníaco se obstruyó cuando se superó el tiempo de funcionamiento de 308 días.

20 Etapa (39-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (39-1) añadiendo 19,0 kg de 4-terc-amilfenol y 0,690 kg de urea a la mezcla, transfiriéndola al tanque de agitación -603- y utilizando 0,820 kg de anilina. Se obtuvo una solución que contenía el 4,5% en peso de fenilurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (39-2) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (35-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía ácido N-fenilcarbámico-(4-terc-amilfenilo) y el rendimiento del ácido N-fenilcarbámico-(4-terc-amilfenilo) basado en anilina fue de aproximadamente el 93%.

30 Etapa (39-4): Condensación de mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 30.

El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 en la etapa (39-3) se cargó en el tanque de agitación -1108-. El tanque de agitación -1108- se calentó a 160°C y la presión interna se ajustó a 2 kPa para eliminar los compuestos hidroxilados aromáticos. Un compuesto hidroxilado aromático en forma de 4-terc-amilfenol se condensó en el condensador -1105- a través desde una línea B4 y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1107-. A continuación, se añadieron 1,14 kg de metilal (formaldehído-dimetilacetal) del tanque de almacenamiento -1100-, 4,70 kg de nitrobenzol del tanque de almacenamiento -1101- y 5,6 kg del ácido sulfúrico del tanque de almacenamiento -1102- al tanque de agitación -1108-, seguido de calentamiento durante 10 horas a 100°C mientras se agitaba el tanque de agitación -1108-. El interior del tanque de agitación -1108- se mantuvo a continuación a 100°C y la presión interna se redujo a 1 kPa para separar por destilación el disolvente y las sustancias sin reaccionar. Cuando el compuesto resultante se analizó mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que era una mezcla que contenía aproximadamente el 55% en peso de N,N'-(metanodiil-difenil)-bis(ácido carbámico(4-terc-amilfenil)éster). Se añadieron aproximadamente 5,1 kg de un compuesto hidroxilado aromático (4-terc-amil-fenol) a este compuesto para obtener una solución homogénea y la solución se transfirió al tanque de almacenamiento -1104-.

50 Etapa (39-5): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster -O-Arílico del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 29.

Un aparato de destilación en película fina -1002- (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m<sup>2</sup> se calentó a 260°C y la presión dentro del aparato de destilación en película fina se fijó a aproximadamente 1,5 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1104- en la etapa (39-4) se colocó en el tanque de almacenamiento -1001- y se suministró al aparato de destilación de película fina a una velocidad de aproximadamente 1.200 g/h a través de la línea -A1-. Se extrajo un componente líquido de la línea -A4- proporcionada en la parte inferior del aparato de destilación de película fina -1002- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1003-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -1003- se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina -1002- a través de la línea -A3-. Se extrajo un componente gaseoso desde una línea -A4- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación de película fina -1002-. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -1004- y los componentes de punto de ebullición bajo se separaron por destilación. Se suministró un componente en fase líquida a la columna de destilación -1009- a partir de la línea -A8- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1004- inferior a la línea de alimentación y, además, se sometió a separación por destilación. Se suministró el

componente en fase líquida a la columna de destilación -1014- desde la línea -A12- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1009- inferior a la línea de alimentación y, además, se sometió a separación por destilación.

5 Se extrajo un componente gaseoso a partir de la línea -A13- proporcionado en la parte superior de la columna de destilación -1014- y se condensó en el condensador -1015- y el condensado se recuperó en el tanque de almacenamiento -1019-. Cuando el condensado se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que era una solución que contenía aproximadamente el 99% en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano (MDI). El rendimiento basado en anilina fue de aproximadamente el 50%.

10 [Ejemplo 40]

Etapa (40-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

15 Se mezclaron 51,1 kg de 4-etilfenol y 0,43 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 110°C con la línea -63- cerrada y la mezcla se transfirió al tanque de agitación -603- calentado a 110°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -603-, se suministraron 0,43 kg de 4,4'-metilbis(ciclohexilamina) desde el tanque de almacenamiento -602- al tanque de agitación -603- a través de la línea -62- a la velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar de suministrar la 4,4'-metilbis(ciclohexilamina), se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 8 horas seguido de la obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 1,17% en peso de 4,4'-metanodiildiciclohexildiurea.

20 La línea -63- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento -604- a través de la línea -63-.

25

Etapa (40-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

30 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (35-2) del ejemplo 35 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -605- a 220°C, se estableció la presión dentro de la columna a 13 kPa, manteniendo el condensador a 60°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (40-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 1,4 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 48,6 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 32,5 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-etilfenil)éster) y 4-etilfenol a una relación estequiométrica de 149 veces y di(4-etilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0039 veces basándose en N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-etilfenil)éster), y contenía 0,0155 veces un compuesto que contiene N basándose en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-etilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-etilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilbis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 91%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -609-, se descubrió que era una mezcla de 4-etilfenol y urea, el contenido de 4-etilfenol fue de 15,8 kg (129 mol) y el contenido de urea fue de aproximadamente 0,168 kg (2,81 mol). Además, el gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,025 g (1,46 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0014 mmol.

50 Cuando se continuaron las etapas (40-1) y (40-2), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (40-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

55

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (40-2) fue 2 ppm. El mismo procedimiento que en la etapa (40-1) se llevó a cabo añadiendo 36,7 kg de 4-etilfenol y 0,252 kg de urea a la mezcla, transfiriéndola al tanque de agitación -603- y utilizando 0,43 kg de 4,4'-metilbis(ciclohexilamina). Se obtuvo una solución que contenía el 1,14% en peso de 4,4'-metanodiildiciclohexildiurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (40-2) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (40-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía éster (4-fenilfenílico) del ácido N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico) y el rendimiento del éster (4-fenilfenílico) del del ácido N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico) fue de aproximadamente el 91%.

60

Etapa (40-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 28.

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 5, con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 40 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 5 al tanque de almacenamiento -801- y suministrando al aparato de destilación en película fina a través de la línea -80- a la velocidad de aproximadamente 1.880 g/h.

Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 16 g/h y, cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 4,4'-d ciclohexilmetano, que contenía 230 ppm de 4-etilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 41]

Etapa (41-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 26.

Se mezclaron 8,44 kg de 2-isopropilfenol y 7,03 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 120°C con la línea -63- cerrada y la mezcla se transfirió al tanque de agitación -603- (volumen de líquido interno: 80 l, equipado con deflectores) calentado a 120°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -603-, se suministraron 1,50 kg de hexametildiamina desde el tanque de almacenamiento -602- al tanque de agitación -603- a través de la línea -62- a una velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar de suministrar la hexametildiamina, se llevó a cabo la agitación durante aproximadamente 2 horas. Después de añadir 13,3 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol desde el tanque de almacenamiento -600-, se abrió la línea -63- y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento -604- a través de la línea -63-. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 8,1% en peso de 1,6-hexanobisurea.

Etapa (41-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se siguió utilizando el aparato mostrado en la figura 26.

Una columna de relleno -605- rellena con un relleno (Helipack No. 3) y con un diámetro interno de 40 mm y con una altura de 4.000 mm se calentó a 240°C y la presión dentro de la columna se fijó a aproximadamente 26 kPa. El líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 1,8 g/min desde la línea -64- dispuesta en la columna de relleno -605-. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, en ese momento se descartó la muestra. La cantidad de líquido de reacción alimentada después de que la reacción alcanzó un estado de equilibrio fue de aproximadamente 21,3 kg. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- a través de la línea -66- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -605-. Se condensó un componente de la fase gaseosa a partir de la línea -65- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -605- con el condensador -605- mantenido a aproximadamente 60°C y el componente de la fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 609 a través de un separador de gas-líquido 608. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -610- fue de 11,9 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol a una relación estequiométrica de 4,1 veces y bis(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,039 veces de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y contenía 0,0035 veces un compuesto que contenía N basado en el número de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)ésteres). Además, el rendimiento de éster (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenílico) del ácido N,N'-hexanodil-di(carbámico) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 77%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 9,3 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol, 2-isopropilfenol, urea y (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbamato, el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol fue de aproximadamente 0,11 kg (0,51 mol), el contenido de 2-isopropilfenol fue de aproximadamente 6,86 kg (50,4 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 933 g (15,5 mol) y el contenido de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbamato fue de aproximadamente 521 g (2,09 mol). Además, el gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido -608- a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los

componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,225 g (13,2 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0013 mmol.

- 5 Cuando se continuaron las etapas (41-1) y (41-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (41-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

- 10 Se llevó a cabo el mismo procedimiento de la etapa (41-1) en la etapa (41-2) añadiendo 2,35 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609, transfiriendo al tanque de agitación -603- y utilizando 1,650 kg de hexametildiamina y 14,2 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol. Se obtuvo una solución que contenía el 8,1% en peso de 1,6-hexametilendiurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-2) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (41-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -610- contenía ácido N,N'-hexanodiiil-dicarbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster y el rendimiento Del ácido N,N'-hexanodiiil-dicarbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster basado en hexametildiamina fue de aproximadamente del 77%.

- 20 Etapa (41-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 28.

- 25 El aparato de destilación de película fina -802- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 41 se colocó en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 890 g/h a través de la línea -80-. Un componente líquido se extrajo de la línea -82- dispuesta en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -802- a través de la -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de hexametileno, 2-isopropilfenol y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol se extrajo a partir desde una línea -81- proporcionada en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802-. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -804- y el 2-isopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida se introdujo en la columna de destilación -809- a través de la línea -88- dispuesta en una parte de la columna de destilación -804- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -809-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de hexametileno, se condensó en un condensador -810- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -809-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 86,5 g/h.

- 40 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 15 ppm de 4-(1,1,3,3-tetrametil-butil)fenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

- 45 [Ejemplo 42]

Etapa (42-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

- 50 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-1) del ejemplo 41 con la excepción de que se utilizaron 7,74 kg de 2-isopropilfenol y 1,71 kg de urea y 1,21 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina en lugar de hexametildiamina. Como resultado de la adición de 9,67 kg de 4-fenilfenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que la mezcla contenía el 9,1% en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

- 55 Etapa (42-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

- 60 La columna de relleno -605- se calentó a 240°C, se estableció la presión interna a 26 kPa, y el condensador se mantuvo a 60°C. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-1) del ejemplo 41 con la excepción de que se alimentó el líquido de reacción obtenido en la etapa (42-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentado una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 16,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -610- fue de 8,52 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-(fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y 4-fenilfenol a una relación estequiométrica de 5,57 veces, 2-isopropilfenol a una relación estequiométrica de 0,082

veces y bis((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,029 veces basado en éster (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-(fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,0011 veces un compuesto que contenía N basado en el número de éster (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-(fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, el rendimiento de (4-fenilfenil)éster del ácido 3-((4-(fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 97%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 8,5 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-fenilfenol, 2-isopropilfenol, urea y (4-fenilfenil)carbamato, el contenido de 4-fenilfenol fue de aproximadamente 0,43 kg (2,52 mol), el contenido de 2-isopropilfenol fue de aproximadamente 6,18 kg (45,4 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 625 g (10,4 mol) y el contenido de (4-fenilfenil)carbamato fue de aproximadamente 244 g (1,15 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,166 g (9,87 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0011 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (42-1) y (42-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapas (42-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -609- en la etapa (42-2) fue de 75 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (42-1) mediante la adición de 0,788 kg de urea y 0,538 kg de 2-isopropilfenol a la mezcla, transfiriéndola al tanque de agitación -603- y utilizando 1,05 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina. Se obtuvo una solución que contenía el 9,1% en peso de isoforonabisurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (42-2) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (42-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -610- contenía éster de (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-(fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster de (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-(fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente un 96%.

Etapas (42-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 28.

El aparato de destilación de película fina -802- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 42 se colocó en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 790 g/h a través de la línea -80-. Un componente líquido se extrajo de la línea -82- dispuesta en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -802- a través de la -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de isoforona, 2-isopropilfenol y 4-fenilfenol se extrajo a partir desde una línea -81- proporcionada en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802-. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -804- y el 2-isopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida se introdujo en la columna de destilación -809- a través de la línea -88- dispuesta en una parte de la columna de destilación -804- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -809-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de isoforona, se condensó en un condensador -810- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -809-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 94 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 11 ppm de 4-fenilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 43]

Etapas (43-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-1) del ejemplo 41 con la excepción de que se utilizaron 3,86 kg de 2-terc-butilfenol en lugar de 2-isopropilfenol, se utilizaron 2,30 kg de urea y se utilizaron 1,04 kg de 2,4-toluendiamina en lugar de hexametilendiamina. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante

cromatografía de líquidos, se descubrió que la mezcla contenía el 5,1% en peso de 2,4-toluenbisurea. Se añadieron 16,4 kg de p-heptilfenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y la mezcla se transfirió al tanque de almacenamiento -604-.

5 Etapa (43-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La columna de relleno -605- se calentó a 280°C, se estableció la presión interna en 35 kPa, y el condensador se mantuvo a 60°C. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-2) del ejemplo 41 con la excepción de que se alimentó el líquido de reacción obtenido en la etapa (43-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 2,4 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 21,4 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 14,8 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía toluen-2,4-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) y p-hepilfenol a una relación estequiométrica de 13,0 veces, 2-terc-amilfenol a una relación estequiométrica de 0,054 veces y bis(p-heptilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,043 veces basándose en toluen-2,4-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) y p-hepilfenol y contenía 0,0023 veces un compuesto que contenía N basándose en el número de toluen-2,4-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 60%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de p-heptilfenol, 2-terc-butilfenol, urea y (p-heptilfenil)carbamato, el contenido de p-heptilfenol fue de 0,154 kg (0,80 mol), el contenido de 2-terc-butilfenol fue de aproximadamente 3,58 kg (23,9 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 1,14 kg (19,0 mol) y el contenido de (p-heptilfenil)carbamato fue de aproximadamente 493 g (2,09 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,210 g (12,3 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0023 mmol.

30 Cuando se continuaron las etapas (43-1) y (43-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

35 Etapa (43-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se llevó a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 28.

40 El aparato de destilación de película fina -802- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 43 se colocó en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.430 g/h a través de la línea -80-. Un componente líquido se extrajo de la línea -82- dispuesta en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -802- a través de la -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de 2,4-tolileno, 2-terc-butilfenol y p-heptilfenol se extrajo a partir desde una línea -81- proporcionada en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802- El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación -804-, el 2-terc-butilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida se introdujo en la columna de destilación -809- a través de la línea -88- dispuesta en una parte de la columna de destilación -804- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -809-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de 2,4-tolileno, se condensó en un condensador -810- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -809-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -812- a una velocidad de aproximadamente 73 g/h.

55 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -812- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 80 ppm de p-heptilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

60 [Ejemplo 44]

Etapa (44-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

65 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-1) del ejemplo 41 con la excepción de que se utilizaron 4,19 kg de 2,6-diisopropilfenol en lugar de 2-isopropilfenol, utilizando 1,17 kg de urea y utilizando 1,33 kg de 4,4'-metilendianilina en lugar de hexametildiamina. Se añadieron 16,4 kg de p-nonilfenol en lugar de 4-(1,1,3,3-

tetrametilbutil)fenol y la mezcla se transfirió al tanque de almacenamiento -604-. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que la mezcla contenía el 10,4% en peso de 4,4'-metanodiildifenildiurea.

#### 5 Etapa (44-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La columna de relleno -605- se calentó a 280°C, se estableció la presión interna en 26 kPa, y el condensador se mantuvo a 60°C. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-2) del ejemplo 41 con la excepción de que se alimentó el líquido de reacción obtenido en la etapa (44-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 17,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 12,3 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)éster) y p-nonilfenol a una relación estequiométrica de 6,38 veces, 2,6-diisopropilfenol a una relación estequiométrica de 0,40 veces y bis(p-nonilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,038 veces basándose en N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)éster) y contenía 0,0078 veces un compuesto que contenía N basándose en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 88%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 4,9 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de p-nonilfenol, 2,6-diisopropilfenol, urea y (p-nonilfenil)carbamato, el contenido de p-nonilfenol fue de aproximadamente 0,240 kg (1,05 mol), el contenido de 2,6-diisopropilfenol fue de aproximadamente 3,54 kg (19,9 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 340 g (5,66 mol) y el contenido de (p-nonilfenil)carbamato fue de aproximadamente -105- g (0,40 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido -608- a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,180 g (10,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0069 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (44-1) y (44-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

#### 35 Etapa (44-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (44-2) fue de 43 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (44-1) añadiendo 0,884 kg de urea, 0,925 kg de 2,6-diisopropilfenol a la mezcla, transfiriéndola al tanque de agitación -603- y utilizando 1,42 kg de 4,4'-metilendianilina. Se obtuvo una solución que contenía el 10,1% en peso de 4,4'-metanodiildifenildiurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (44-2) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (44-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)éster), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 88%.

#### 50 Etapa (44-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 29.

El aparato de destilación de película fina -1002- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 44 se colocó en un tanque de almacenamiento -1001- y se suministró al aparato de destilación de película fina a una velocidad de aproximadamente 1.090 g/h a través de la línea -A1-. Se extrajo un componente líquido de la línea -A2- proporcionada en la parte inferior del aparato de destilación de película fina -1002- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1003-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -1003- se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina -1002- a través de la línea -A3-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de 2,2'-difenilmetano, 2,6-diisopropilfenol y 4-nonilfenol se extrajo de la línea -A4- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación en película fina -1002-. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -1004-, el 2,6-diisopropilfenol se separó por destilación y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación -1004-, el 2,6-diisopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida, se alimentó a la columna de destilación -1009- desde la línea -A8- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1004- más baja que la parte de alimentación de la misma. El 4-nonilfenol se separó por destilación en la columna de destilación -1009- y la fase líquida se alimentó a la columna de



destilación -1014- a través de la línea -A12- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1009- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -1014-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de 4,4'-difenilmetano, se condensó en un condensador -1015- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -1014-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -1019- a una velocidad de aproximadamente 110 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -1019- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$  y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 4,4'-difenilmetano que contenía -105- ppm de 4-nonilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 45]

Etapa (45-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-1) del ejemplo 41 con la excepción de que se utilizaron 6,23 kg de 2-terc-amilfenol en lugar de 2-isopropilfenol, se utilizaron 1,44 kg de urea y se utilizaron 1,33 kg de 4,4'-metilbis(ciclohexilamina) en lugar de hexametildiamina. Se añadieron 11,8 kg de 4-fenilfenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y la mezcla se transfirió al tanque de almacenamiento -604-. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que la mezcla contenía el 9,0% en peso de 4,4'-metanodiildiciclohexildiurea.

Etapa (45-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La columna de relleno -605- se calentó a 270°C, se estableció la presión interna en 13 kPa, y el condensador se mantuvo a 60°C. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-2) del ejemplo 41 con la excepción de que se alimentó el líquido de reacción obtenido en la etapa (45-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 19,1 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 11,8 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(p-fenilfenil)éster) y 4-fenilfenol a una relación estequiométrica de 9,56 veces, 2-terc-amilfenol a una relación estequiométrica de 0,068 veces y bis(4-fenilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,088 veces basándose en N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(p-fenilfenil)éster) y contenía 0,0094 veces un compuesto que contenía N basándose en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)ésteres. Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilbis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente 88%. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue de 8,9 ppm. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -609-, se descubrió que era una mezcla de 4-fenilfenol, 2-terc-amilfenol, urea y (4-fenilfenil)carbamato, el contenido de 4-fenilfenol fue de aproximadamente 0,275 kg (1,62 mol), el contenido de 2-terc-amilfenol fue de aproximadamente 5,71 kg (34,1 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 590 g (9,84 mol) y el contenido de (4-fenilfenil)carbamato fue de aproximadamente 180 g (0,84 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,164 g (9,67 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0033 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (45-1) y (45-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (45-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante reutilización de la mezcla obtenida en condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (45-2) fue de 42 ppm. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (45-1) añadiendo 1,32 kg de urea a la mezcla, transfiriéndola al tanque de agitación -603- y utilizando 1,22 kg de 4,4'-metilbis(ciclohexilamina). Se obtuvo una solución que contenía el 9,2% en peso de 4,4'-metanodiildiciclohexildiurea. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (45-2) utilizando esta solución en lugar de la solución de la etapa (45-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilbis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 88%.

Etapa (45-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 29.

El aparato de destilación de película fina -1002- se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 45 se colocó en un tanque de almacenamiento -1001- y se suministró al aparato de destilación de película fina a una velocidad de aproximadamente 1.120 g/h a través de la línea -A1-. Se extrajo un componente líquido de la línea -A2- proporcionada en la parte inferior del aparato de destilación de película fina -1002- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1003-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -1003- se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina -1002- a través de la línea -A3-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de dicitohexilmetano, 2-terc-amilfenol y 4-fenilfenol se extrajo de la línea -A4- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación en película fina -1002-. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -1004-, el 2-terc-amilfenol se separó por destilación y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación -1004-, el 2,6-diisopropilfenol se separó mediante destilación y una fase líquida, se alimentó a la columna de destilación -1009- desde la línea -A8- proporcionada en una parte de la columna de destilación -1004- más baja que la parte de alimentación de la misma. El 4-fenilfenol se separó por destilación en la columna de destilación -1009- y la fase líquida se alimentó a la columna de destilación -1014- a través de la línea -A12- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1009- inferior a la parte de alimentación de la misma. En la columna de destilación -1014-, se extrajo un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de dicitohexilmetano, se condensó en un condensador -1015- y se devolvió una parte del condensado a la columna de destilación -1014-. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento -1019- a una velocidad de aproximadamente 111 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -1019- se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de dicitohexilmetano que contenía 80 ppm de 4-fenilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 46]

Etapa (46-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se utilizó el aparato utilizado en la figura 24.

Se mezclaron 16,7 kg de un disolvente (1-nonanol) y 3,34 kg de urea en el tanque de almacenamiento 401 calentado a 90°C con la línea -43- cerrada y el líquido mixto se transfirió al tanque de agitación -403- calentado a 90°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -403-, se suministraron 1,08 kg de anilina desde el tanque de almacenamiento -402- al tanque de agitación -403- a través desde una línea -42- a la velocidad de aproximadamente 12 g/min. Después de terminar de suministrar la anilina, se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 28 horas seguido de la obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente el 6,8% en peso de fenilurea. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 7900 ppm. Los grupos amino sin reaccionar no se detectaron. Después de la reacción, se añadieron 25,9 kg de un compuesto hidroxilado aromático en forma de 2-fenilfenol para obtener un líquido mixto. La relación entre el número de compuestos hidroxilados aromáticos y el número entre grupos ureido en el líquido mixto fue de 6,6. A continuación, se abrió la línea -43- y el líquido mixto se transfirió al tanque de almacenamiento -404- a través de la línea -43-.

Etapa (46-2): Producción de mono(éster de -O-R<sup>2</sup>) del ácido carbámico N-sustituido

La columna de relleno -405- rellena con un relleno (Helipack No. 3) se calentó a 210°C y la presión interna de la columna se ajustó a 50 kPa. El líquido de reacción obtenido en la etapa (46-1) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 1,2 g/min desde la línea -44- dispuesta en la columna de relleno -405-. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, en ese momento se descartó la muestra. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estacionario fue de aproximadamente 29,6 kg. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -610- a través de la línea -46- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -410-. Un componente de la fase gaseosa se condensó a partir de la línea -45- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -405- con el condensador -406- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -409- a través del separador de gas-líquido -408-. Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 409 se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el componente condensado contenía urea y 1-nonanol. La relación estequiométrica entre 1-nonanol y la urea fue 3,4. La cantidad del líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento 410 fue de 15,7 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que contenía (éster nonílico) del ácido N-fenilcarbámico y el rendimiento de (éster nonílico) del ácido N-

fenilcarbámico basado en anilina fue de aproximadamente el 91%. Por otro lado, un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido -408- a través de la línea -47-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,139 g (8,2 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0022 mmol.

Etapa (46-3): Producción de mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido mediante una reacción de transesterificación

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

La mezcla obtenida en la etapa (46-2) se recuperó en un tanque de almacenamiento -1201-. Una columna de relleno -1202- rellena con un relleno (Helipack No. 3), con un diámetro interno de 20 mm y con una altura de 4.000 mm se calentó a 260°C y la presión dentro de la columna se fijó a aproximadamente 26 kPa. El líquido de reacción obtenido en la etapa (46-2) se alimentó desde la línea -C1- dispuesta en una columna de relleno -1202- a la velocidad de aproximadamente 1,9 g/min. El líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento -1205- a través desde una línea -C1- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en un condensador -1203- desde una línea C3 dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de la fase líquida resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. La cantidad del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- fue de 26,8 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía ácido N-fenilcarbámico-((2-fenilfenil)éster) y el rendimiento del ácido N-fenilcarbámico-((2-fenilfenil)éster) basado en anilina fue de aproximadamente el 89%.

Cuando se continuaron las etapas (46-1) y (46-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (46-4): Condensación de mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 30.

El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- en la etapa (46-3) se cargó en el tanque de agitación -1108-. El tanque de agitación -1108- se calentó a 160°C y la presión interna se ajustó a 1 kPa para destilar 2-fenilfenol. El 2-fenilfenol se condensó en el condensador -1105- a través de la línea -B4- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1107-. A continuación, se añadieron 2,04 kg de metilal del tanque de almacenamiento -1100-, 1,94 kg de nitrobenzol del tanque de almacenamiento -1101- y 1,02 kg del ácido sulfúrico del tanque de almacenamiento -1102- al tanque de agitación -1108-, seguido de calentamiento durante 24 horas a 90°C mientras se agitaba el tanque de agitación -1108-. La presión dentro del tanque de agitación -1108- se redujo a continuación para separar por destilación el disolvente y las sustancias que no habían reaccionado. Cuando el compuesto resultante se analizó mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que era una mezcla que contenía aproximadamente el 53% en peso de N,N'-(metanodil-difenil)-bis(ácido carbámico(2-fenilfenil)éster).

Etapa (46-5): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Arilo del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 29.

Un aparato de destilación en película fina -1002- (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m<sup>2</sup> se calentó a 260°C y la presión dentro del aparato de destilación en película fina se fijó a aproximadamente 1,5 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1104- en la etapa (46-4) se colocó en el tanque de almacenamiento -1001- y se suministró al aparato de destilación de película fina a una velocidad de aproximadamente 1200 g/h a través de la línea -A1-. Se extrajo un componente líquido de la línea -A4- proporcionada en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1003-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -1003- se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina -1002- a través de la línea -A3-. Se extrajo un componente gaseoso desde una línea -A4- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación de película fina -1002-. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -1004- y los componentes de punto de ebullición bajo se separaron por destilación. Se suministró un componente en fase líquida a la columna de destilación -1009- a partir de la línea -A8- dispuesta en una parte de la columna de destilación 1004 inferior a la línea de alimentación y, además, se sometió a separación por destilación. Se suministró el componente en fase líquida a la columna de destilación -1014- desde la línea -A12- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1009- inferior a la línea de alimentación y además se sometió a separación por destilación.

Se extrajo un componente gaseoso a partir de la línea -A13- proporcionado en la parte superior de la columna de

destilación -1014- y se condensó en el condensador -1015- y el condensado se recuperó en el tanque de almacenamiento -1019-. Cuando el condensado se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que era una solución que contenía aproximadamente el 99% en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano (MDI). El rendimiento basado en anilina fue de aproximadamente el 54%.

5

[Ejemplo 47]

Etapa (47-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

10 Se utilizó el aparato utilizado en la figura 24.

Se mezclaron 25,4 kg de un disolvente (1-heptanol) y 3,50 kg de urea en el tanque de almacenamiento 401 calentado a 90°C con la línea -43- cerrada y el líquido mixto se transfirió al tanque de agitación -403- calentado a 90°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -403-, se suministraron 1,13 kg de anilina desde el tanque de almacenamiento -402- al tanque de agitación -403- a través de la línea -42- a la velocidad de aproximadamente 18 g/min. Después de terminar de suministrar la anilina, se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 28 horas seguido de la obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente el 7,4% en peso de fenilurea. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 8300 ppm. Los grupos amino sin reaccionar no se detectaron.

20

La línea -43- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 404 a través de la línea -43-.

25 Etapa (47-2): Producción de mono(éster de  $-\text{O}-\text{R}^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido

La columna de relleno -405- rellena con un relleno (Helipack No. 3) y con un diámetro interno de 40 mm y con una altura de 4.000 mm se calentó a 190°C y la presión dentro de la columna se fijó a aproximadamente 50 kPa. El líquido de reacción obtenido en la etapa (47-1) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 1,0 g/min desde la línea 44 dispuesta en la columna de relleno -405-. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, en ese momento se descartó la muestra. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estacionario fue de aproximadamente 28,0 kg. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -410- a través de la línea -46- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -410-. Un componente de la fase gaseosa se condensó a partir de la línea -45- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -405- con el condensador -406- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -409- a través del separador de gas-líquido -408-. Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -409- se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el componente condensado contenía urea y 1-heptanol. La relación estequiométrica entre 1-heptanol y la urea fue 4,2. La cantidad del líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento -410- fue de 13,8 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que contenía ácido N-fenilcarbámico-(1-heptil)éster y el rendimiento del ácido N-fenilcarbámico-(1-heptil)éster basado en anilina fue de aproximadamente el 90%. Por otro lado, un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 408 a través de la línea -47-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,151 g (8,9 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0022 mmol.

30

35

40

45

50 Cuando se continuaron las etapas (47-1) y (47-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (47-3): Condensación de mono(éster de  $-\text{O}-\text{R}^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido

55 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 30.

El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 410 en la etapa (47-2) se cargó en el tanque de agitación -1108-. El tanque de agitación -1108- se calentó a 160°C y la presión interna se ajustó a 10 kPa para destilar 1-heptanol. El 1-heptanol se condensó en el condensador 1105- a través de la línea B4 y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1107-. A continuación, se añadieron 1,30 kg de metilal del tanque de almacenamiento -1100-, 7,34 kg de nitrobenzol del tanque de almacenamiento -1101- y 13,3 kg del ácido sulfúrico del tanque de almacenamiento -1102-- al tanque de agitación -1108-, seguido de calentamiento durante 10 horas a 100°C mientras se agitaba el tanque de agitación -1108-. La presión dentro del tanque de agitación -1108- se redujo a continuación para separar por destilación el disolvente y las sustancias que no habían reaccionado. Cuando el compuesto resultante se analizó mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que era una mezcla que contenía aproximadamente el 63% en peso de N,N'-(metanodil-difenil)-bis(éster de octílico del ácido carbámico).

60

65

Etapa (47-4): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido mediante una reacción de transesterificación

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

La mezcla obtenida en la etapa (47-3) se mezcló con 24,2 kg de 2,4-di-terc-amilfenilo (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y se cargó en el tanque de almacenamiento -1201-. Una columna de relleno -1202- rellena con un relleno (Helipack No. 3) que tenía un diámetro interno de 20 mm y con una altura de 4.000 mm se calentó a 250°C y la presión dentro de la columna se fijó a aproximadamente 20 kPa. El líquido de reacción obtenido en la etapa (47-3) se alimentó desde la línea -C1- dispuesta en la columna de relleno -1202- a la velocidad de aproximadamente 1,3 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- a través de la línea -C4- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea -C3- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de la fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. La cantidad del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- fue de 25,0 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía N,N'-(metanodiiil-difenil)-bis(ácido carbámico-(2,4-di-terc-amilfenil)éster).

Etapa (47-5): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster O-arílico del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 29.

El aparato de destilación en película fina -1002- (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m<sup>2</sup> se calentó a 260°C y la presión dentro del aparato de destilación en película fina se fijó a aproximadamente 1,5 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1204- en la etapa (47-4) se colocó en el tanque de almacenamiento -1001- y se suministró al aparato de destilación de película fina a una velocidad de aproximadamente 1200 g/h a través de la línea -A1-. Se extrajo un componente líquido de la línea -A2- proporcionada en la parte inferior del aparato de destilación de película fina -1002- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -1003-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -1003- se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de la línea -A3-. Se extrajo un componente gaseoso desde una línea -A4- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación de película fina -1002-. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -1004- y los componentes de punto de ebullición bajo se separaron por destilación. Se suministró un componente en fase líquida a la columna de destilación -1009- a partir de la línea -A8- dispuesta en una parte de la columna de destilación 1004 inferior a la línea de alimentación y, además, se sometió a separación por destilación. Se suministró el componente en fase líquida a la columna de destilación -1014- desde la línea -A12- dispuesta en una parte de la columna de destilación -1009- inferior a la línea de alimentación y, además, se sometió a separación por destilación.

Se extrajo un componente gaseoso a partir de la línea -A13- proporcionado en la parte superior de la columna de destilación -1014- y se condensó en el condensador -1015- y el condensado se recuperó en el tanque de almacenamiento -1019-. Cuando el condensado se analizó mediante RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que era una solución que contenía aproximadamente 47% en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano. El rendimiento basado en anilina fue de aproximadamente el 47%.

[Ejemplo 48]

Etapa (48-1): Etapa de regeneración de urea

El ejemplo 1 se llevó a cabo repetidamente y el amoníaco obtenido de la línea -5- en la etapa (1-1) se recuperó en forma de amoníaco líquido utilizando un aparato de licuefacción.

Se suministraron amoníaco líquido presurizado a 17,6 MPa y calentado a 150°C a 3,44 kg/h, dióxido de carbono presurizado a 17,6 MPa a 2,20 kg/h y un condensado que se describirá más adelante a un tubo de síntesis de urea 1401 y se hizo reaccionar a 190°C.

La solución de la síntesis de urea descargada del tubo de síntesis de urea se suministró a un disgregador de alta presión -1402- al mismo tiempo que puso en contacto con dióxido de carbono suministrado a la velocidad de 2,20 kg/h desde una línea -21- para descomponer las sustancias no convertidas a 195°C y se separó una mezcla gaseosa que contenía amoníaco a 4,26 kg/h, dióxido de carbono a 2,43 kg/hora y agua a 0,50 kg/h de una solución acuosa de urea que contenía urea a 6,0 kg/h, amoníaco a 2,88 kg/h, dióxido de carbono a 2,34 kg/h y agua a 3,01 kg/h. La solución acuosa de urea se despresurizó hasta 1,76 MPa y se despresurizó adicionalmente hasta 0,20 MPa para separar las sustancias no convertidas residuales y, a continuación, se aplicó al tratamiento final para obtener urea a una velocidad de 6,0 kg/h. Las sustancias no convertidas separadas se adsorbieron mediante agua para obtener una solución acuosa de carbamato de amonio a 1,76 MPa que contenía amoníaco a 2,84 kg/h, dióxido de

carbono a 2,34 kg/h y agua a 1,21 kg/h.

La mezcla gaseosa mencionada anteriormente se suministró a un condensador -1403- para aspirar y presurizar la solución acuosa de carbamato de amonio presurizada a 17,6 MPa. El condensado resultante se recirculó al tubo de síntesis de urea -1401-.

Etapa (48-2): Reutilización de urea regenerada

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1, con la excepción de que se utilizaron 240 g de hexametildiamina, 8.510 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 501 g de la urea producida en la etapa (48-1). El rendimiento del ácido N,N'-hexanodil-dicarbámico-bis(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 92%.

[Ejemplo 49]

Etapa (49-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 1,22 kg de hexametilindiamina, 43,3 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol 2,40 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 240°C y la presión dentro de la columna se ajustó a aproximadamente 60 kPa. Se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1- proporcionada en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Se recuperó un componente de fase gaseosa de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 90°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. Cuando habían transcurrido 10 horas desde la estabilización de las condiciones de funcionamiento, se obtuvieron muestras del componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104- y cuando se llevaron a cabo las mediciones de RMN de  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$  en el componente de la muestra, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea, y la relación estequiométrica entre 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea fue de 2,5. Se descargó un gas que contenía amoníaco de la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,253 g (14,9 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,447 mmol. El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento -105- contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 90%. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoníaco.

Cuando se continuó la etapa anterior, se obstruyó la línea de descarga de amoníaco después de que el tiempo de funcionamiento había superado 330 días.

[Ejemplo 50]

Etapa (50-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (49-1) del ejemplo 49 con la excepción de que se utilizaron 1,33 kg de hexametildiamina, 47,2 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 2,61 kg de urea, y manteniendo el condensador -103- a aproximadamente 105°C. Cuando habían transcurrido 10 horas después de estabilizadas las condiciones de funcionamiento, se tomaron muestras del componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104- y cuando se llevaron a cabo las mediciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente de la muestra, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea, y la relación estequiométrica entre 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea fue de 3,1. Se descargó un gas que contenía amoníaco de la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,251 g (14,8 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 1,33 mmol. El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento -105- contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 90%. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoníaco.

Cuando se continuó la etapa anterior, se obstruyó la línea de descarga de amoníaco después de que el tiempo de

funcionamiento había superado 302 días.

[Ejemplo 51]

5 Etapa (51-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (49-1) del ejemplo 49 con la excepción de que se utilizaron 1,23 kg de hexametildiamina, 43,6 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 2,42 kg de urea, y manteniendo el condensador -103- a aproximadamente 110°C. Cuando habían transcurrido 10 horas después de estabilizadas las condiciones de funcionamiento, se tomaron muestras del componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104- y cuando se llevaron a cabo las mediciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente de la muestra, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea, y la relación estequiométrica entre 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea fue de 3,2. Se descargó un gas que contenía amoníaco de la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,255 g (15,0 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 2,89 mmol.

20 El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento -105- contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 90%. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoníaco.

25 Cuando se continuó la etapa anterior, se obstruyó la línea de descarga de amoníaco después de que el tiempo de funcionamiento había superado 245 días.

[Ejemplo 52]

30 Etapa (52-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 1,14 kg de hexametildiamina, 40,4 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol 2,24 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 240°C y la presión dentro de la columna se ajustó a aproximadamente 60 kPa. Se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1- proporcionada en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Se recuperó un componente de fase gaseosa de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 125°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. Cuando habían transcurrido 10 horas desde la estabilización de las condiciones de funcionamiento, se obtuvieron muestras del componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104- y cuando se llevaron a cabo las mediciones de RMN de <sup>1</sup>H y <sup>13</sup>C en el componente de la muestra, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea, y la relación estequiométrica entre 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea fue de 2,56. Se descargó un gas que contenía amoníaco de la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,24 g (14,4 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 5,76 mmol.

55 El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento -105- contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente 90%. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoníaco.

60 Cuando se continuó la etapa anterior, se obstruyó la línea de descarga de amoníaco después de que el tiempo de funcionamiento había superado 221 días.

[Ejemplo 53]

65 Etapa (53-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 1.

Se mezclaron 1,38 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 42,5 kg de p-dodecilfenol y 1,85 kg de urea para obtener una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 255°C y la presión dentro de la columna se ajustó a 30 kPa. Un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima se introdujo a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de que se estabilizaran las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -102-. La solución recuperada en el tanque de almacenamiento -105- contenía éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en éster 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente un 91%. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoníaco. Se recuperó un componente de la fase gaseosa de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 60°C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. Cuando habían transcurrido 10 horas después de que se estabilizaron las condiciones de funcionamiento, se obtuvieron muestras del componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104- y cuando se llevaron a cabo las mediciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente de la muestra, se descubrió que era una mezcla de p-dodecilfenol y urea y la relación estequiométrica entre p-dodecilfenol y urea fue de 2,23. Se descargó un gas que contenía amoníaco de la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,24 g (13,7 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,34 mmol.

Cuando se continuó la etapa anterior, se obstruyó la línea de descarga de amoníaco después de que el tiempo de funcionamiento había superado 311 días.

[Ejemplo 54]

30 Etapa (54-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 1,22 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 37,6 kg de p-dodecilfenol y 1,64 kg de urea para obtener una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 240°C y la presión dentro de la columna se ajustó a 35 kPa. Un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima se introdujo a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de que se estabilizaran las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -102-. La solución recuperada en el tanque de almacenamiento -105- contenía éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente un 91%. El líquido de reacción contenía 7,9 ppm de amoníaco. Se recuperó un componente de la fase gaseosa de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 50°C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. Cuando habían transcurrido 10 horas después de que se estabilizaron las condiciones de funcionamiento, se obtuvieron muestras del componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104- y cuando se llevaron a cabo las mediciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente de la muestra, se descubrió que era una mezcla de p-dodecilfenol y urea y la relación estequiométrica entre p-dodecilfenol y urea fue de 2,23. Se descargó un gas que contenía amoníaco de la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,19 g (11,3 mmol). Además, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,170 mmol.

Cuando se continuó la etapa anterior, no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

60 [Ejemplo 55]

Etapa (55-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

65 Se mezclaron 1,10 kg de hexametildiamina, 33,0 kg de p-nonanol y 2,10 kg de urea para preparar una solución de



materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 220°C, la presión dentro de la columna se fijó a aproximadamente 50 kPa, se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de que se estabilizaran las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se recuperó de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 50°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105- fue de 31,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía N,N'-hexanodil-di(éster noílico del ácido carbámico) y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(éster noílico del ácido carbámico) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 91%. El líquido de reacción contenía 7,5 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 1-nonanol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,47 kg (24,5 mol) y el contenido de 1-nonanol fue de 4,13 kg (28,6 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,42 g (23,6 mmol). Además, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 22,4 mmol.

Quando se continuó la etapa anterior (55-1), se obstruyó la línea de descarga de amoníaco después de que el tiempo de funcionamiento había superado 172 días.

Etapa (55-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (55-1).

Se añadieron 1,33 kg de hexametildiamina, 29,0 kg de 1-nonanol y 1,14 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (55-1) para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (55-1) utilizando esta solución de materia prima. El rendimiento de N,N'-hexanodil-di(éster noílico del ácido carbámico) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 91%.

Etapa (55-3): Reacción de transesterificación

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

A la mezcla obtenida en la etapa (55-2) se le añadieron 21,5 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol para obtener una solución homogénea y después se cargaron en el tanque de almacenamiento -1201-. Una columna de relleno -1202- rellena con un relleno (Helipack nº 3), que tenía un diámetro interno de 20 mm y que tenía una altura de 4.000 mm, se calentó a 260°C y la presión dentro de la columna se ajustó a 26 kPa. El líquido de reacción almacenado en el tanque de almacenamiento -1204- se alimentó desde la línea C1 dispuesta en la columna de relleno -1202- a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- a través de la línea -C1- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea C2 dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) basado en hexametildiamina fue de aproximadamente el 89%.

Etapa (55-4): Producción de isocianato

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró el líquido de reacción recuperado en la etapa (55-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.790 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 101 g/h. El condensado fue diisocianato de hexametileno. El diisocianato de hexametileno se purificó adicionalmente mediante destilación y se obtuvo diisocianato de hexametileno en el que no se detectó 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol (por debajo del límite de detección) mediante análisis de cromatografía de gases. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 56]

Etapa (56-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

5 La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 0,630 kg de hexametildiamina, 53,0 kg de 2-feniletanol y 1,30 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 220°C, la presión dentro de la columna se fijó a aproximadamente 50 kPa, se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de que se estabilizaran las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se recuperó de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 40°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105- fue de 43,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(2-feniletil)éster) y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(2-feniletil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 91%. El líquido de reacción contenía 5,5 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 2-feniletanol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 0,763 kg (12,7 mol) y el contenido de 2-feniletanol fue de 11,7 kg (95,4 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,182 g (10,7 mmol). Además, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,755 mmol.

30 Cuando se continuó la etapa anterior (56-1), se obstruyó la línea de descarga de amoníaco después de que el tiempo de funcionamiento había superado 320 días.

Etapa (56-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

35 La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (56-1).

Se añadieron 0,63 kg de hexametildiamina, 47,1 kg de 2-feniletanol y 1,10 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (56-1) para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (56-1) utilizando esta solución de materia prima. El rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(2-feniletil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 91%.

Etapa (56-3): Reacción de transesterificación

45 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

A la mezcla obtenida en la etapa (56-2) se le añadieron 21,0 kg de p-dodecilfenol para obtener una solución homogénea y después se cargó en el tanque de almacenamiento -1201-. Una columna de relleno -1202- rellena con un relleno (Helipack nº 3), que tenía un diámetro interno de 20 mm y que tenía una altura de 4.000 mm, se calentó a 250°C y la presión dentro de la columna se ajustó a 26 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento -1201- se alimentó desde la línea C1 dispuesta en la columna de relleno -1205- a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1202- a través de la línea C4 dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea C2 dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) basado en hexametildiamina fue de aproximadamente el 88%.

Etapa (56-4): Producción de isocianato

65 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró la solución obtenida en la etapa (56-3) en lugar del líquido de reacción

recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.620 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 87 g/h. El condensado fue de diisocianato de hexametileno. El diisocianato de hexametileno se purificó adicionalmente mediante destilación y se obtuvo diisocianato de hexametileno en el que no se detectó p-dodecilfenol (por debajo del límite de detección) mediante análisis de cromatografía de gases. Posteriormente, se añadió p-dodecilfenol de manera que la concentración de p-dodecilfenol en el isocianato fuera de 15 ppm para obtener una mezcla y se observó decoloración cuando la mezcla se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno.

5 [Ejemplo 57]

10 Etapa (57-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

15 La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 1,28 kg de hexametilendiamina, 26,9 kg de 2-feniletanol y 2,64 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 220°C, la presión dentro de la columna se fijó a aproximadamente 20 kPa, se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de que se estabilizaran las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se recuperó de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 40°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105- fue de 31,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía N,N'-hexanodiiil-di(ácido carbámico(2-feniletil)éster) y el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di(ácido carbámico(2-feniletil)éster) basándose en hexametilendiamina fue de aproximadamente el 91%. El líquido de reacción contenía 3,9 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 2-feniletanol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,55 kg (25,8 mol) y el contenido de 2-feniletanol fue de 8,07 kg (66,1 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,46 g (27,3 mmol). Además, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,041 mmol.

40 Cuando se continuó la etapa (57-1) anterior, no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (57-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

45 La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (57-1).

Se añadieron 1,28 kg de hexametilendiamina, 21,0 kg de 2-feniletanol y 1,10 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (57-1) para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (57-1) utilizando esta solución de materia prima. El rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di(ácido carbámico(2-feniletil)éster) basándose en hexametilendiamina fue de aproximadamente el 91%.

Etapa (57-3): Reacción de transesterificación

55 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

A la mezcla obtenida en la etapa (57-2) se le añadieron 18,8 kg de p-dodecilfenol y 1,10 kg de urea para obtener una solución homogénea y después se cargó en el tanque de almacenamiento -1201-. Una columna de relleno -1202- cargada con un relleno (Helipack n° 3), que tenía un diámetro interno de 20 mm y que tenía una altura de 4.000 mm, se calentó a 250°C y la presión dentro de la columna se ajustó a 26 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento -1201- se alimentó desde la línea C1 dispuesta en la columna de relleno -1202- a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- a través de la línea C4 dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea C2 dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y

RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanidil-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster), y el rendimiento de N,N'-hexanidil-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) basado en hexametildiamina fue de aproximadamente el 88%.

#### 5 Etapa (57-4): Producción de isocianato

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -702- a  $220^\circ\text{C}$ , se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró la solución obtenida en la etapa (57-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.620 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 87 g/h. El condensado era diisocianato de hexametileno que contenía 5 ppm de p-dodecilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

15 [Ejemplo 58]

#### Etapa (58-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

20 Se mezclaron 1,19 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 31,5 kg de éter mono-2-etilhexílico de etilenglicol y 1,76 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a  $220^\circ\text{C}$ , la presión dentro de la columna se fijó a aproximadamente 50 kPa, se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de que se estabilizaran las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 2,3 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se recuperó de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente  $70^\circ\text{C}$  y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105- fue de 26,6 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción contenía éster (2-(2-etilhexiloxi)etilico) del ácido 3-((2-(2-etilhexiloxi)etiloxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (2-(2-etilhexiloxi)etilico) del ácido 3-((2-(2-etilhexiloxi)etiloxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basándose en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 90%. El líquido de reacción contenía 6,9 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de éter mono-2-etilhexílico de etilenglicol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,08 kg (18,0 mol) y el contenido de éter mono-2-etilhexílico de etilenglicol fue de 6,93 kg (40,0 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,35 g (20,4 mmol). Además, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,51 mmol.

45 Cuando se continuó la etapa anterior (58-1) se obstruyó la línea de descarga de amoníaco después de que el tiempo de funcionamiento había superado 355 días.

#### Etapa (58-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

50 La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (58-1).

Se añadieron 1,19 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 24,6 kg de éter mono-2-etilhexílico de etilenglicol y 0,68 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (58-1) para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (58-1) utilizando esta solución de materia prima. El rendimiento de éster (2-(2-etilhexiloxi)etilico) del ácido 3-((2-(2-etilhexiloxi)etiloxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 90%.

#### 60 Etapa (58-3): Reacción de transesterificación

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

65 A la mezcla obtenida en la etapa (58-2) se le añadieron 16,5 kg de p-dodecilfenol para obtener una solución homogénea y después se cargó en el tanque de almacenamiento -1201-. La columna de relleno -1202- rellena con un relleno (Helipack nº 3), que tenía un diámetro interno de 20 mm y que tenía una altura de 4.000 mm, se calentó a

250°C y la presión dentro de la columna se ajustó a 26 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento -1201- se alimentó desde la línea -C1- dispuesta en la columna de relleno -1202- a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- a través de la línea C4 dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea -C2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 86%.

Etapa (58-4): Producción de isocianato

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -702- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró la solución obtenida en la etapa (58-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.820 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente -104- g/h. El condensado era diisocianato de isoforona que contenía 10 ppm de p-dodecilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 59]

Etapa (59-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se mezclaron 1,20 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 28,1 kg de alcohol decílico y 1,79 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 220°C, la presión dentro de la columna se fijó a aproximadamente 50 kPa, se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de que se estabilizaran las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 2,3 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se recuperó de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 70°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105- fue de 22,8 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía éster decílico del ácido 3-(deciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster decílico del ácido 3-(deciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basándose en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 90%. El líquido de reacción contenía 9,0 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de alcohol decílico y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,10 kg (18,3 mol) y el contenido de alcohol decílico fue de 7,30 kg (46,2 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,39 g (22,9 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,229 mmol.

Cuando se continuó la etapa (59-1) anterior, no se obstruyó la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (59-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (59-1) fue de 39 ppm. La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando esta mezcla.

Se añadieron 1,21 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 20,6 kg de alcohol decílico y 0,69 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (59-1) para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (59-1) utilizando esta solución de materia prima. El rendimiento de éster decílico del ácido 3-(deciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 90%.

Etapa (59-3): Reacción de transesterificación

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

5 A la mezcla obtenida en la etapa (59-2) se le añadieron 16,5 kg de p-dodecilfenol para obtener una solución homogénea y después se cargó en el tanque de almacenamiento -1201-. La columna de relleno -1202- rellena con un relleno (Helipack nº 3), que tenía un diámetro interno de 20 mm y que tenía una altura de 4.000 mm, se calentó a 250°C y la presión dentro de la columna se ajustó a 26 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento -1201- se alimentó desde la línea -C1- dispuesta en la columna de relleno -1202- a la velocidad de  
10 aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- a través de la línea C4 dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea -C2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del  
15 separador de gas-líquido -1207-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de (p-dodecilfenil)éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 86%.

20 Etapa (59-4): Producción de isocianato

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -702- a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró la solución obtenida en la etapa (59-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.820 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente -104- g/h. El condensado era diisocianato de isofozona que contenía 13,3 ppm de p-dodecilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

30 [Ejemplo 60]

Etapa (60-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

35 La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 1.050 g de 2,4-toluendiamina, 37,2 g de p-nonanol y 2,17 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 200°C y la presión dentro de la columna se ajustó a aproximadamente 50 kPa. Un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima se introdujo a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, y una vez estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 2,3 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se recuperó de la línea -2- proporcionada en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 85°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 29,2 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía líquida y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 1-nonanol a una relación estequiométrica de 22,2 veces y carbonato de dinonilo a una relación estequiométrica de 0,011 veces basada en tolueno-2,4-di(éster nonílico del ácido carbámico), y contenía 0,035 veces un compuesto que contenía N basado en el número de tolueno-2,4-di(ésteres nonílicos del ácido carbámico) y 5,9 ppm de amoníaco. Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(éster nonílico del ácido carbámico) basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 90%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 1-nonanol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,33 kg (22,2 mol) y el contenido de 1-nonanol fue de 10,0 kg (69,6 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,374 g (22,0 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,044 mmol.

Cuando se continuó la etapa (60-1) anterior, no se obstruyó la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (60-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (60-1).

Se añadieron 1,05 kg de 2,4-toluendiamina, 27,2 kg de 1-nonanol y 0,84 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (60-1) para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (60-1) utilizando esta solución de materia prima. El rendimiento de tolueno-2,4-di(éster noílico del ácido carbámico) basado en 2,4-toluendiamina, fue de aproximadamente el 90%.

Etapa (60-3): Reacción de transesterificación

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

Se añadieron 18,1 kg de 2,4-di-terc-amilfenol y 2,3 kg de dilaurato de dibutilestaño a la mezcla obtenida en la etapa (60-2) para obtener una solución homogénea y, después, se cargó en el tanque de almacenamiento -1201-. La columna de relleno -1202- se calentó a 250°C y la presión dentro de la columna se fijó a 26 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento -1201- se alimentó desde la línea -C1- dispuesta en la columna de relleno -1202- a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- a través de la línea C4 dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea -C2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía tolueno-2,4-di(ácido carbámico(2,4-di-terc-amilfenil)éster) y el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(2,4-di-terc-amilfenil)éster), basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 86%.

Etapa (60-4): Producción de isocianato

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró la solución obtenida en la etapa (60-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.820 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 91 g/h. El condensado fue diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 23 ppm de 4-di-terc-amilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 61]

Etapa (61-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 1.080 g de 2,4-toluendiamina, 39,8 kg de 4-fenil-1-butanol y 2,23 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 200°C y la presión dentro de la columna se ajustó a aproximadamente 50 kPa. Un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima se introdujo a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, y una vez estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se recuperó de la línea -2- proporcionada en la parte superior de la columna de relleno -102-, condensada en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 90°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 29,2 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía líquida y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-fenil-1-butanol a una relación estequiométrica de 25,2 veces y bis(4-fenilbutil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,003 veces basada en tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-fenilbutil)éster) y 0,033 veces un compuesto que contenía N basado en el número de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-fenilbutil)ésteres) y 8,4 ppm de amoníaco. Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-fenilbutil)éster) basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 90%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 4-fenil-1-butanol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,37 kg (22,8 mol) y el contenido de 4-fenil-1-butanol fue de 7,17 kg (47,7 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10

minutos fue de 0,282 g (16,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 15,2 mmol.

5 Cuando se continuó la etapa anterior (61-1) se obstruyó la línea de descarga de amoníaco después de que el tiempo de funcionamiento había superado 160 días.

Etapa (61-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

10 La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (61-1).

15 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (61-1) fue de 53 ppm. Se añadieron 1,08 kg de 2,4-toluendiamina, 32,7 kg de 4-fenil-1-butanol y 0,86 kg de urea a esta mezcla para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (61-1) utilizando esta solución de materia prima. El rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-fenilbutil)éster basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 90%.

Etapa (61-3): Reacción de transesterificación

20 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

25 Se añadieron 20,3 kg de 4-fenilfenol y 1,3 kg de dilaurato de dibutilestaño a la mezcla obtenida en la etapa (61-2) para obtener una solución homogénea y, después, se cargó en el tanque de almacenamiento -1201-. La columna de relleno -1202- se calentó a 260°C y la presión dentro de la columna se fijó a 30 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento -1201- se alimentó desde la línea -C1- dispuesta en la columna de relleno -1202- a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- a través de la línea C4 dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea -C2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) y el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster), basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 88%.

35 Etapa (61-4): Producción de isocianato

40 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró la solución obtenida en la etapa (61-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.620 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 81 g/h. El condensado fue diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 923 ppm de 4-fenilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

45 [Ejemplo 62]

Etapa (62-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

50 La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

55 Se mezclaron 1.340 g de hexametildiamina, 42,1 kg de 2-etil-1-hexanol y 3,12 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 200°C y la presión dentro de la columna se ajustó a aproximadamente 50 kPa. Un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima se introdujo a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, y una vez estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se recuperó de la línea -2- proporcionada en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 30°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 15,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía líquida y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 2-etil-1-hexanol a una relación estequiométrica de 7,0 veces y bis(2-etilhexil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,022 veces basada en tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) y 0,023 veces un compuesto que contenía N basado en el número de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(4-fenilfenil)éster) y 8,9 ppm de amoníaco. Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido



5 carbámico(4-fenilfenil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 90%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 2-etil-1-hexanol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,94 kg (32,4 mol) y el contenido de 2-etil-1-hexanol fue de 29,4 kg (226 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,342 g (20,2 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0033 mmol.

10 Cuando se continuó la etapa (62-1) anterior, no se obstruyó la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

15 Etapa (62-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (62-1).

20 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (62-1) fue 72 ppm. A esta mezcla se le añadieron 1,34 kg de hexametildiamina, 12,6 kg de 2-etil-1-hexanol y 1,17 kg de urea para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (62-1) utilizando esta solución de materia prima. El rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(2-etilhexil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 92%.

25 Etapa (62-3): Reacción de transesterificación

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

30 Se añadieron 12,2 kg de 2-naftol y 1,2 kg de dilaurato de dibutilestano a la mezcla obtenida en la etapa (62-2) para obtener una solución homogénea y, después, se cargó en el tanque de almacenamiento -1201-. La columna de relleno -1202- se calentó a 260°C y la presión dentro de la columna se fijó a 30 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento -1201- se alimentó desde la línea -C1- dispuesta en la columna de relleno -1202- a la velocidad de aproximadamente 2,1 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- a través de la línea C4 dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea -C2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(2-naftil)éster), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(2-naftil)éster) basado en hexametildiamina fue de aproximadamente el 89%.

Etapa (62-4): Producción de isocianato

45 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró la solución obtenida en la etapa (62-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.220 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 113 g/h. El condensado era diisocianato de hexametileno que contenía 20 ppm de 2-naftol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 63]

55 Etapa (63-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

60 Se mezclaron 1.220 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 28,0 kg de 1-octanol y 1,76 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 190°C y la presión dentro de la columna se ajustó a aproximadamente 30 kPa. Un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima se introdujo a través de la línea -1- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, y una vez estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 2,2 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se

recuperó de la línea -2- proporcionada en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 30°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- fue de 21,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía líquida y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 1-octanol a una relación estequiométrica de 20,0 veces y carbonato de dioctilo a una relación estequiométrica de 0,0043 veces basada en éster (1-octílico) del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-triciclohexilcarbámico, 0,039 veces un compuesto que contenía N basado en el número de ésteres (1-octílico) del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-triciclohexilcarbámico y 4,9 ppm de amoníaco. Además, el rendimiento de éster (1-octílico) del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-triciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 92%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 1-octanol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,04 kg (17,2 mol) y el contenido de 1-octanol fue de 8,96 kg (68,8 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,402 g (23,3 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0028 mmol.

Cuando se continuó la etapa (63-1) anterior, no se obstruyó la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (63-2): Reutilización de la mezcla obtenida en el condensador

La producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se llevó a cabo utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (63-1).

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento -104- en la etapa (63-1) fue de 59 ppm. A esta mezcla se le añadieron 1,22 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 19,0 kg de 1-octanol y 0,73 kg de urea para obtener una solución de materia prima. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (63-1) utilizando esta solución de materia prima. El rendimiento de éster (1-octílico) del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-triciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 92%.

Etapa (63-3): Reacción de transesterificación

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

Se añadieron 11,2 kg de 4-cumilfenol y 1,3 kg de dilaurato de dibutilestano a la mezcla obtenida en la etapa (63-2) para obtener una solución homogénea y, después, se cargó en el tanque de almacenamiento -1201-. La columna de relleno -1202- se calentó a 260°C y la presión dentro de la columna se fijó a 30 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento -1201- se alimentó desde la línea -C1- dispuesta en la columna de relleno -1202- a la velocidad de aproximadamente 2,2 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- a través de la línea C4 dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea -C2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía éster (4-cumilfenílico) de 3-((4-cumilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (4-cumilfenílico) de 3-((4-cumilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 87%.

Etapa (63-4): Producción de isocianato

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró la solución obtenida en la etapa (63-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.380 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 113 g/h. El condensado era diisocianato de isoforona que contenía 2 ppm de 4-cumilfenol. Aunque el diisocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 64]

Etapa (64-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

5 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 26.

Se mezclaron 21,7 kg de 2-etil-1-hexanol y 2,50 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 120°C con la línea -63- cerrada y la mezcla se transfirió al tanque de agitación -603- calentado a 120°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -603-, se suministraron 1,42 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina desde el tanque de almacenamiento -602- hasta el tanque de agitación -603- a través de la línea -62- a una velocidad de aproximadamente 10 g/min. Después de terminar de suministrar la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 2 horas seguida de obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente el 7,9% en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 6.600 ppm. Se añadieron 21,8 kg de un compuesto hidroxilado aromático en forma de p-dodecilfenol desde el tanque de almacenamiento -601- para obtener una solución homogénea. La línea -63- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento -604- a través de la línea -63-.

20 Etapa (64-2): Producción de un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y recuperación de urea

La columna de relleno -605- se calentó a 190°C. Se añadió dilaurato de dibutilestano al 0,1% en peso al líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) desde la línea -64- proporcionada en la columna de relleno -605- para obtener un líquido mixto. El líquido mixto se alimentó a una velocidad de aproximadamente 2,2 g/min. El líquido mixto se recuperó en el tanque de almacenamiento 610 a través de la línea -66- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -605-. Se condensó un componente de la fase gaseosa en el condensador 606 (mantenido a aproximadamente 30°C) desde la línea -65- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -605-, y el componente de la fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 609 a través del separador de gas-líquido -608-. Cuando se analizó el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 mediante RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el componente condensado contenía 2-etil-1-hexanol, urea y (2-etilbutiletilhexil)carbamato y el componente condensado contenía 11,2 kg (86,1 moles) de 2-etil-1-hexanol, 1,51 kg (23,9 mol) de urea y 0,24 kg (1,26 mol) de (2-etilhexil)carbamato. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 45,4 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía éster (2-etilhexílico) del ácido 3-((2-etilhexiloxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (2-etilhexílico) del ácido 3-((2-etilhexiloxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 83%. Además, el líquido de reacción contenía 10 ppm de amoníaco.

40 Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,111 g (6,51 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0022 mmol.

45 Cuando se continuaron las etapas (64-1) y (64-2) anteriores, no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (64-3): Reacción de transesterificación

50 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 31.

La columna de relleno -1202- rellena con un relleno (Helipack N° 3) se calentó a 260°C y la presión interna se ajustó a 26 kPa. El líquido mixto en el tanque de almacenamiento -1201- se alimentó desde la línea C1 dispuesta en la columna de relleno -1202- a la velocidad de aproximadamente 1,9 g/min. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- a través de la línea C4 dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -1202-. Un componente de la fase gaseosa se introdujo en el condensador -1203- desde la línea C2 dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -1202- y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -1204- a través del separador de gas-líquido -1207-. La cantidad del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1205- fue de 25,0 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (p-dodecilfenílico) del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 78%.

65 Etapa (64-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico

N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 28.

5 El aparato de destilación en película fina -802- que tenía un área de superficie conductora del calor de 0,2 m<sup>2</sup> se calentó a 220°C y la presión dentro del aparato de destilación en película fina se fijó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -1210- en la etapa (64-3) se colocó en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.790 g/h a través de la línea -80-. Un componente líquido se extrajo de la línea -82- dispuesta en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -802- a través de la -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de isoforona y p-dodecilfenol se extrajo a partir de la línea -81- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802-. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -804- y los componentes de punto de ebullición bajo se separaron por destilación. Se suministró un componente en fase líquida a la columna de destilación -809- a partir de la línea -88- dispuesta en la columna de destilación -804- en una parte inferior a la línea de alimentación y, a continuación, se sometió a separación por destilación. El componente de la fase gaseosa se condensó en el condensador -810- a través de la línea -89- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -812- a través del separador de gas-líquido -811-.

20 Cuando se analizó el condensado mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que contenía aproximadamente el 99% en peso de diisocianato de isoforona. El rendimiento basado en la amina orgánica (3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina) fue de aproximadamente el 70%.

25 [Ejemplo 65]

Etapa (65-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

30 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-1) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizaron 15,2 kg de 2-feniletanol en lugar de 2-etil-1-hexanol, 2,29 kg de urea, 1,11 kg de hexametildiamina en lugar de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, y se estableció la temperatura del tanque de agitación -603- a 100°C. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente el 8,0% en peso de N,N'-hexametildiurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 7.700 ppm. Se añadieron 19,7 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol en lugar de p-dodecilfenol para obtener una solución homogénea.

Etapa (65-2): Producción de un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y recuperación de urea

40 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-2) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizó el líquido de reacción obtenido en la etapa (65-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) y se calentó la columna de relleno -605- a 240°C. Cuando se analizó el líquido de reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que contenía N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster), y el rendimiento basado en hexametildiamina fue de aproximadamente el 73%. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 9 ppm.

45 Cuando se analizó el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 mediante RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el componente condensado contenía 2-feniletanol, urea y (2-feniletil)carbamato, y el componente condensado contenía 7,96 kg (65,2 Mol) de 2-feniletanol, 1,19 kg (18,8 mol) de urea y 0,18 kg (0,99 mol) de (2-feniletil)carbamato. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 23,8 kg.

50 Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,137 g (8,10 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0013 mmol.

55 Cuando se continuaron las etapas (65-1) y (65-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

60 Etapa (65-3): Reacción de transesterificación

65 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-3) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -1202- a 220°C y se estableció la presión interna a 20 kPa. Cuando se analizó el líquido de reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y el rendimiento basado en

hexametildiamina fue del 68%.

Etapa (65-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

5 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-4) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 220°C y se estableció la presión en el interior del aparato de destilación en película fina a 1,3 kPa. Se obtuvo diisocianato de hexametileno en el tanque de almacenamiento -812- y el rendimiento basado en hexametildiamina fue de aproximadamente el 65%.

10 [Ejemplo 66]

Etapa (66-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

15 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-1) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizaron 18,9 kg de éter monobutílico de dietilenglicol en lugar de 2-etil-1-hexanol y se estableció la temperatura del tanque de agitación -603- a 120°C. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente el 7,0% en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 5.800 ppm. Se

20 añadieron 18,1 kg de 2,4-di-terc-amilfenol en lugar de p-dodecilfenol para obtener una solución homogénea.

Etapa (66-2): Producción de un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y recuperación de urea

25 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-2) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizó el líquido de reacción obtenido en la etapa (66-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) y se calentó la columna de relleno -605- a 240°C. Cuando se analizó el líquido de reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que contenía (2-(2-butiloxi)etiloxi)éster del ácido 3-(((2-(2-butiloxi)etiloxi)etiloxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento basado en

30 líquido de reacción fue de 6,2 ppm.

35 Cuando se analizó el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento -609- mediante RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el componente condensado contenía éter monobutílico de dietilenglicol y urea, y el componente condensado contenía 12,8 kg (79,0 moles) de éter monobutílico de dietilenglicol y 1,62 kg (25,7 moles) de urea.

40 Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,109 g (6,42 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0018 mmol.

45 Cuando se continuaron las etapas (66-1) y (66-2) anteriores, no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (66-3): Reacción de transesterificación

50 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-3) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -1202- a 240°C y se estableció la presión interna a 20 kPa. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía éster (2,4-di-terc-amilfenílico) del ácido 3-((2,4-di-terc-amilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamine fue del 71%.

Etapa (66-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

55 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-4) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 230°C y se estableció la presión en el interior del aparato de destilación en película fina a 1,5 kPa. Se obtuvo diisocianato de isoforona en el tanque de almacenamiento -812- y el rendimiento basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamine fue de aproximadamente el 64%.

60 [Ejemplo 67]

Etapa (67-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

65 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-1) del ejemplo 64, con la excepción de que se utilizaron 11,3 kg de 2-etil-1-hexanol, 3,29 kg de urea, 1,33 kg de 2,4-toluendiamina en lugar de 3-aminometil-3,5,5-

trimetilciclohexilamina y se estableció la temperatura del tanque de agitación -603- a 70°C. El líquido de reacción resultante era una suspensión. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente el 8,1% en peso de 2,4-toluendiurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 3.400 ppm. Se añadieron 16,7 kg de p-heptilfenol en lugar de p-dodecilfenol para obtener una solución homogénea.

Etapa (67-2): Producción de un éster -O-alquílico del ácido carbámico N-sustituido y recuperación de urea

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-2) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizó el líquido de reacción obtenido en la etapa (67-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) y se calentó la columna de relleno -605- a 210°C. Cuando se analizó el líquido de reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que contenía toluen-2,4-di(ácido carbámico(2-etilhexil)éster), y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 52%. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 8 ppm.

Cuando se analizó el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 mediante RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el componente condensado contenía 2-etil-1-hexanol y urea, y el componente condensado contenía 6,93 kg (53,2 moles) de 2-etil-1-hexanol y 1,88 kg (29,5 moles) de urea.

Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,134 g (7,87 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,701 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (67-1) y (67-2) anteriores, se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, cuando el tiempo de funcionamiento había superado 320 días.

Etapa (67-3): Reacción de transesterificación

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-3) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -1202- a 220°C y se estableció la presión interna a 15 kPa. Cuando se analizó el líquido de reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía toluen-2,4-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue del 49%.

Etapa (67-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-4) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 210°C y se estableció la presión en el interior del aparato de destilación en película fina a 0,8 kPa. Se obtuvo diisocianato de 2,4-tolileno en el tanque de almacenamiento -812- y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 44%.

[Ejemplo 68]

Etapa (68-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-1) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizaron 31,6 kg de ciclohexanol en lugar de 2-etil-1-hexanol, 6,34 kg de urea, 1,29 kg de 2,4-toluendiamina en lugar de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, y se estableció la temperatura del tanque de agitación -603- a 90°C. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente el 6,6% en peso de 2,4-toluendiurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 7.300 ppm. Se añadieron 17,9 kg de 2-fenilfenol en lugar de p-dodecilfenol para obtener una solución homogénea.

Etapa (68-2): Producción de un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y recuperación de urea

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-2) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizó el líquido de reacción obtenido en la etapa (68-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) y se calentó la columna de relleno -605- a 220°C. Cuando se analizó el líquido de reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que contenía toluen-2,4-di(ácido carbámico ciclohexiléster), y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 82%. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 5,4 ppm.

Cuando se analizó el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 mediante RMN de

<sup>1</sup>H, se descubrió que el componente condensado contenía ciclohexanol, urea y carbonato de dicitclohexilo y el componente condensado contenía 13,0 kg (129 mol) de ciclohexanol, 4,71 kg (73,5 mol) de urea y 0,75 kg (3,92 mol) de carbonato de dicitclohexilo.

5 Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,147 g (8,64 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tenían grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,216 mmol.

10 Cuando se continuaron las etapas (68-1) y (68-2) anteriores, se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, cuando el tiempo de funcionamiento había superado 340 días.

15 Etapa (66-3): Reacción de transesterificación

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-3) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -1202- a 220°C y se estableció la presión interna a 25 kPa. Cuando se analizó el líquido de reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía toluen-2,4-di(ácido carbámico(2-fenilfenil)éster) y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue del 79%.

20 Etapa (68-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

25 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-4) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a 200°C y se estableció la presión en el interior del aparato de destilación en película fina a 0,5 kPa. Se obtuvo diisocianato de 2,4-tolileno en el tanque de almacenamiento -812- y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 71%.

30 [Ejemplo 69]

Etapa (69-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

35 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-1) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizaron 29,7 kg de 2-feniletanol en lugar de 2-etil-1-hexanol, 3,89 kg de urea, 1,32 kg de 2,4-toluendiamina en lugar de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, y se estableció la temperatura del tanque de agitación -603- a 90°C. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente el 6,1% en peso de 2,4-toluendiurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 2.800 ppm. Se añadieron 22,3 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol en lugar de p-dodecilfenol para obtener una solución homogénea.

40 Etapa (69-2): Producción de un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y recuperación de urea

45 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-2) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizó el líquido de reacción obtenido en la etapa (69-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) y se calentó la columna de relleno -605- a 220°C. Cuando se analizó el líquido de reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que contenía toluen-2,4-di(ácido carbámico(2-feniletil)éster), y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 88%. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 5 ppm.

50 Cuando se analizó el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 mediante RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el componente condensado contenía 2-feniletanol, urea y bis(2-fenileté)carbonato y el componente condensado contenía 13,9 kg (114 mol) de 2-feniletanol, 2,10 kg (33,3 mol) de urea y 0,32 kg (1,75 mol) de bis(2-feniletil)carbonato.

55 Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,124 g (7,31 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 6,21 mmol.

60 Cuando se continuaron las etapas (69-1) y (69-2) anteriores, la línea -67- se obstruyó tras 162 días.

Etapa (69-3): Reacción de transesterificación

65 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-3) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -1202- a 220°C y se estableció la presión interna a 25 kPa. Cuando se analizó el líquido de

reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción contenía toluen-2,4-di(ácido carbámico(2-fenilfenil)éster) y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue del 79%.

5 Etapa (69-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

10 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-4) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a  $200^\circ\text{C}$  y se estableció la presión en el interior del aparato de destilación en película fina a 0,5 kPa. Se obtuvo diisocianato de 2,4-tolileno en el tanque de almacenamiento -812- y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 74%.

[Ejemplo 70]

15 Etapa (70-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

20 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-1) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizaron 29,0 kg de alcohol isodecílico en lugar de 2-etil-1-hexanol, 4,54 kg de urea, 1,32 kg de 2,4-toluendiamina en lugar de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, y se estableció la temperatura del tanque de agitación -603- a  $90^\circ\text{C}$ . Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente el 6,2% en peso de 2,4-toluendiurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 3200 ppm. Se añadieron 23,8 kg de p-nonilfenol en lugar de p-dodecilfenol para obtener una solución homogénea.

25 Etapa (70-2): Producción de un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y recuperación de urea

30 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-2) del ejemplo 64 con la excepción de que se utilizó el líquido de reacción obtenido en la etapa (70-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1), se calentó la columna de relleno -605- a  $220^\circ\text{C}$  y se estableció la temperatura del condensador a  $50^\circ\text{C}$ . Cuando se analizó el líquido de reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que contenía toluen-2,4-di(ácido carbámico)isodeciléster), y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 88%. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 6,4 ppm.

35 Cuando se analizó el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 mediante RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el componente condensado contenía alcohol isodecílico, urea y di(isodecil)carbonato y el componente condensado contenía 20,8 kg (132 mol) de alcohol isodecílico, 3,15 kg (49,8 mol) de urea y 0,57 kg (2,62 mol) de carbonato de di(isodecilo).

40 Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,122 g (7,20 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,061 mmol.

45 Cuando se continuaron las etapas (70-1) y (70-2) anteriores, no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

Etapa (70-3): Reacción de transesterificación

50 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-3) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -1202- a  $220^\circ\text{C}$  y se estableció la presión interna a 25 kPa. Cuando se analizó el líquido de reacción resultante mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción contenía toluen-2,4-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)éster) y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue del 83%.

55 Etapa (70-4): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

60 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (64-4) del ejemplo 64 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina -802- a  $200^\circ\text{C}$  y se estableció la presión en el interior del aparato de destilación en película fina a 0,5 kPa. Se obtuvo diisocianato de 2,4-tolileno en el tanque de almacenamiento -812- y el rendimiento basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 75%.

[Ejemplo 71]

65 Etapa (71-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-1) del ejemplo 1 con la excepción de que se mezclaron



0,830 kg de hexametildiamina y 27,5 kg de p-heptilfenol y 1,72 kg de urea para obtener una solución de materia prima, se calentó la columna de relleno -102- a 240°C, se estableció la presión interna a aproximadamente 20 kPa, manteniendo el condensador a aproximadamente 60°C e introduciendo la solución de materia prima a la velocidad de aproximadamente 1,0 g/min. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico)(p-heptilfenil) éster) y p-heptilfenol a una relación estequiométrica de 10,8 veces y di(p-heptilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,016 veces basándose en N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico)(p-heptilfenil)éster), y contenía 0,035 veces un compuesto que contenía N basándose en el número de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico)(p-heptilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico)(p-heptilfenil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 85%. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de p-heptilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,09 kg (18,3 mol) y el contenido de p-heptilfenol fue de aproximadamente 9,06 kg (47,1 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,162 g (9,5 mmol). Cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,075 mmol.

Cuando se continuó la etapa (71-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

[Ejemplo 72]

Etapas (72-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se mezclaron 39,6 kg de 4-terc-amilfenol y 3,29 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 80°C con la línea -63- cerrada y la mezcla se transfirió al tanque de agitación -603- calentado a 120°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -603-, se suministraron 1,02 kg de anilina desde el tanque de almacenamiento -602- al tanque de agitación -603- a través de la línea -62- a la velocidad de aproximadamente 10 g/min. Después de terminar de suministrar la anilina, se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 28 horas seguido de la obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió a continuación que el líquido de reacción contenía el 4,5% en peso de N-fenilurea.

La línea -63- se abrió a continuación y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento -604- a través de la línea -63-.

Etapas (72-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (35-2) del ejemplo 35 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -605- a 200°C, se estableció la presión en el interior de la columna a 10 kPa, manteniendo el condensador a 100°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (72-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 41,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 26,4 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N-fenil-4-(terc-amilfenil)carbamato y 4-terc-amilfenol a una relación estequiométrica de 15,9 veces y di(4-terc-amilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0044 veces sobre la base de N-fenil(4-terc-amilfenil)carbamato y contenía 0,0191 veces un compuesto que contenía N basado en el número de N-fenil(4-terc-amilfenil)carbamatos. Además, el rendimiento de N-fenil(4-terc-amilfenil)carbamato basado en anilina fue de aproximadamente el 82%. El líquido de reacción contenía 35 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-terc-amilfenol y urea, el contenido de 4-terc-amilfenol fue de 12,7 kg (77,9 mol) y el contenido de urea fue de aproximadamente 1,95 kg (32,4 mol). Además, el gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,117 g (6,88 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,106 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (72-1) y (72-2), no se obstruyó la línea de extracción de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

[Ejemplo 73]

Etapa (73-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

5 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-1) del ejemplo 41 con la excepción de que se utilizaron 6,46 kg de 2-isopropilfenol y 1,42 kg de urea y 1,01 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina en lugar de hexametildiamina. Se añadieron 8,08 kg de 4-fenilfenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y, como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 9,1% en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

10

Etapa (73-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

15 La columna de relleno -605- se calentó a 210°C, se estableció la presión dentro de la columna a 26 kPa, y el condensador se mantuvo a 60°C. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-1) del ejemplo 41 con la excepción de que se alimentó el líquido de reacción obtenido en la etapa (73-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentado una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 15,8 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 8,3 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico a una relación estequiométrica de 7,08 veces y bis(4-fenilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,023 veces basándose en éster (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)Carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y contenía 0,0021 veces un compuesto que contenía N basándose en el número de ésteres (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, el rendimiento de éster (4-fenilfenílico) del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 80%. El líquido de reacción contenía 95 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-fenilfenol, 2-isopropilfenol, urea y (4-fenilfenil)carbamato, el contenido de 4-fenilfenol fue de aproximadamente 0,42 kg (2,46 mol), el contenido de 2-isopropilfenol fue de aproximadamente 6,03 kg (44,3 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 637 g y el contenido de (4-fenilfenil)carbamato fue de aproximadamente 244 g (1,15 mol). Además, el gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,179 g (10,5 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0011 mmol.

20

25

30

35

40

Cuando se continuaron las etapas (73-1) y (73-2), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

[Ejemplo 74]

Etapa (74-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

45 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-1) del ejemplo 41 con la excepción de que se utilizaron 4,44 kg de 2,6-diisopropilfenol en lugar de 2-isopropilfenol, utilizando 1,24 kg de urea y utilizando 1,41 kg de 4,4'-metilendianilina en lugar de hexametildiamina. Se añadieron 12,5 kg de p-nonilfenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y, a continuación, se transfirieron al tanque de almacenamiento -604-. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 10,4% en peso de 4,4'-metanodil-difenildiurea.

50

Etapa (74-2): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

55 La columna de relleno -605- se calentó a 200°C, se estableció la presión dentro de la columna a 26 kPa, y el condensador se mantuvo a 60°C. Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (41-2) del ejemplo 41 con la excepción de que se alimentó el líquido de reacción obtenido en la etapa (74-1) en lugar del líquido de reacción alimentado en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 17,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 12,9 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)éster) y p-nonilfenol a una relación estequiométrica de 8,83 veces, 2,6-diisopropilfenol a una relación estequiométrica de 0,041 veces basándose en N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)éster) y contenía 0,0082 veces un compuesto que contiene N basándose en el número de N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)ésteres. Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di(ácido carbámico(p-nonilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilendianilina fue de aproximadamente el 71%. El líquido de reacción contenía

60

65

110 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 2,6-diisopropilfenol, urea y (p-nonilfenil)carbamato, el contenido de 2,6-diisopropilfenol fue de aproximadamente 3,54 kg (19,9 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 370 g (6,20 mol) y el contenido de (p-nonilfenil)carbamato fue de aproximadamente 105 g (0,40 mol). Además, el gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 a través de la línea -67-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,155 g (9,12 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0059 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (74-1) y (74-2), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

[Ejemplo 75]

Etapas (75-1): Producción de (4-dodecilfenil)carbamato

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 23.

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-1) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizaron 44,0 kg de p-dodecilfenol en lugar de 4-heptilfenol y se utilizaron 1,57 kg de urea. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento 306 mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una mezcla que contenía el 17,7% en peso de (p-dodecilfenil)carbamato.

Etapas (75-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-2) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizó la mezcla obtenida en la etapa (75-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1) y se suministraron 1,28 kg de 2,4-toluendiamina en lugar de hexametildiamina a una velocidad de aproximadamente 12 g/min.

Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 4,2% en peso de 2,4-toluendiurea.

Etapas (75-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-3) del ejemplo 19 con la excepción de que se calentó la columna de relleno -310- a  $210^\circ\text{C}$ , se estableció la presión en el interior de la columna a 40 kPa, manteniendo el condensador a  $60^\circ\text{C}$  y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (75-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 2,5 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 41,3 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- fue de 31,4 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- mediante cromatografía de líquidos y RMN de  $^1\text{H}$ , se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster), y p-dodecilfenol a una relación estequiométrica de 24,2 veces y di(p-dodecilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0002 veces sobre la base de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster) y contenía 0,021 veces un compuesto que contenía N basado en el número de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)ésteres). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(ácido carbámico(p-dodecilfenil)éster basándose en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 61%. El líquido de reacción contenía 310 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN de  $^{13}\text{C}$  en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-dodecilfenol, urea y (p-dodecilfenil)carbamato, el contenido de p-dodecilfenol fue de 7,57 kg (28,9 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 67,5 g (1,12 mol) y el contenido de (p-dodecilfenil)carbamato fue de 1,89 kg (6,20 mol).

El amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido -312- a través de la línea -39- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,138 g (8,10 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0020 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (75-1) a (75-3), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

[Ejemplo 76]

Etapa (76-1): Producción de (4-etilfenil)carbamato

5 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 23.

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-1) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizaron 42,3 kg de 4-etilfenol en lugar de 4-heptilfenol y se utilizaron 2,08 kg de urea. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento 306 mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo  
10 era una mezcla que contenía el 13,0% en peso de (4-etilfenil)carbamato.

Etapa (76-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-2) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizó la  
15 mezcla obtenida en la etapa (76-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1) y se suministraron 2,15 kg de anilina en lugar de hexametildiamina a una velocidad de aproximadamente 10 g/min.

Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido  
20 de reacción contenía el 8,0% en peso de N-fenilurea.

Etapa (76-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-3) del ejemplo 19 con la excepción de que se calentó la  
25 columna de relleno -310- a 200°C, se estableció la presión en el interior de la columna a la presión atmosférica (atmósfera de nitrógeno), manteniendo el condensador a 60°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (76-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 45,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- fue de 29,9 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- mediante  
30 cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía éster (4-etilfenílico) del ácido N-fenilcarbámico y 4-etilfenol a una relación estequiométrica de 24,7 veces y di(4-etilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,0011 veces sobre la base de éster (4-etilfenílico) del ácido N-fenilcarbámico y contenía 0,052 veces un compuesto que contenía N basado en el número de ésteres (4-etilfenílico) del ácido N-fenilcarbámico. Además, el rendimiento de éster (4-etilfenílico) del ácido N-fenilcarbámico  
35 basado en anilina fue de aproximadamente el 36%. El líquido de reacción contenía 1.010 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-etilfenol, urea y (4-etilfenil)carbamato, el contenido de 4-etilfenol fue de 13,8 kg (113 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 161 g (2,68 mol) y el contenido de (4-etilfenil)carbamato fue de 2,06 kg (12,5 mol).

El amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 a través de la línea -39- se recuperó en una bolsa  
40 Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,155 g (9,14 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que  
45 tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,0007 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (76-1) a (76-3), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoníaco,  
incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

50 [Ejemplo 77]

Etapa (77-1): Producción de (4-nonilfenil)carbamato

55 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 23.

Se utilizó el mismo procedimiento que en la etapa (19-1) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizaron 38,0  
kg de 4-nonilfenol en lugar de p-heptilfenol y se utilizaron 2,19 kg de urea. Cuando se analizó el reactivo recuperado en el tanque de almacenamiento 306 mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el reactivo era una  
60 mezcla que contenía el 23,9% en peso de (4-nonilfenil)carbamato.

Etapa (77-2): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-2) del ejemplo 19 con la excepción de que se utilizó la  
65 mezcla obtenida en la etapa (77-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1) y se suministraron 1,83 kg de 4,4'-metilbis(ciclohexilamina) en lugar de hexametildiamina a una velocidad de aproximadamente 12 g/min.

Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía el 6,0% en peso de 4,4'-metanodiil-diciclohexildiurea.

Etapa (77-3): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (19-3) del ejemplo 19 con la excepción de que se calentó la columna de relleno 310 a 250°C, se estableció la presión dentro de la columna a 20 kPa, manteniendo el condensador a 60°C y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (77-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 1,9 g/min. La cantidad del líquido de reacción alimentada una vez que la reacción alcanzó un estado estacionario fue de aproximadamente 39,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- fue de 24,5 kg. Cuando se analizó el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -315- mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) y 4-nonilfenol a una relación estequiométrica de 14,7 veces y di(4-nonilfenil)carbonato a una relación estequiométrica de 0,008 veces basándose en N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster), y contenía 0,022 veces un compuesto que contiene N basándose en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)ésteres. Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di(ácido carbámico(4-nonilfenil)éster) basándose en 4,4'-metilénbis(ciclohexilamina) fue de aproximadamente el 73%. El líquido de reacción contenía 290 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-nonilfenol, urea y (4-nonilfenil)carbamato, el contenido de 4-nonilfenol fue de 9,79 kg (44,4 mol), el contenido de urea fue de aproximadamente 101 g (1,68 mol) y el contenido de (4-nonilfenil)carbamato fue de 4,58 kg (17,4 mol).

El amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 a través de la línea -39- se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,107 g (6,28 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,070 mmol.

Cuando se continuaron las etapas (77-1) a (77-3), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoníaco, incluso después de que el tiempo de funcionamiento había superado 380 días.

[Ejemplo comparativo 1]

Etapa (A-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 1,21 kg de hexametildiamina, 42,9 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol 2,38 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 240°C y la presión dentro de la columna se ajustó a 40 kPa. Se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1- proporcionada en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Se recuperó un componente de fase gaseosa de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 190°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. Cuando habían transcurrido 10 horas desde la estabilización de las condiciones de funcionamiento, se obtuvieron muestras del componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104- y se llevaron a cabo las mediciones de RMN de <sup>1</sup>H y <sup>13</sup>C en la muestra, se descubrió que el componente era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 25,5 g (0,42 mol) y el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol fue de 83,1 g (0,40 moles). Un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,24 g (14,4 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 16,2 mmol. El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento -105- contenía N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) y el rendimiento de N,N'-hexanodiil-di(ácido carbámico(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster) basado en 2,4-toluendiamina fue de aproximadamente el 90%. El líquido de reacción contenía 9,1 ppm de amoníaco.

Cuando se continuó la reacción, la línea -5- se obstruyó 34 días después de que las condiciones de funcionamiento se hubieran estabilizado, y no se pudo producir un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

## [Ejemplo comparativo 2]

## Etapa (B-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

5 La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 1,32 kg de hexametildiamina, 42,9 kg de p-heptilfenol y 2,38 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 240°C y la presión dentro de la columna se ajustó a 20 kPa. Se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1- proporcionada en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Se recuperó un componente de fase gaseosa de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 130°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. Cuando habían transcurrido 10 horas desde la estabilización de las condiciones de funcionamiento, se obtuvieron muestras del componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104- y se llevaron a cabo las mediciones de RMN de <sup>1</sup>H y <sup>13</sup>C en la muestra, se descubrió que el componente era una mezcla de p-heptilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,71 g (28,5 mol) y el contenido de p-heptilfenol fue de 14,2 g (0,40 moles). Un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,22 g (12,8 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 14,8 mmol. El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento -105- contenía N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(ácido carbámico(p-heptilfenil)éster) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 90%. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoníaco.

30 Cuando se continuó la reacción, la línea -5- se obstruyó 30 días después de que las condiciones de funcionamiento se hubieran estabilizado, y no se pudo producir un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

## [Ejemplo comparativo 3]

## Etapa (C-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

35 La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 1,32 kg de hexametildiamina, 64,1 kg de p-dodecilfenol y 3,08 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 250°C y la presión dentro de la columna se ajustó a 60 kPa. Se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1- proporcionada en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de estabilizadas las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- proporcionada en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Se recuperó un componente de fase gaseosa de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102- condensada en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 50°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. Cuando habían transcurrido 10 horas desde la estabilización de las condiciones de funcionamiento, se obtuvieron muestras del componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104- y se llevaron a cabo las mediciones de RMN de <sup>1</sup>H y <sup>13</sup>C en la muestra, se descubrió que el componente era una mezcla de p-dodecilfenol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,84 g (30,6 mol) y el contenido de p-dodecilfenol fue de 7,69 g (29,3 moles). Un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,19 g (11,4 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 15,1 mmol.

60 Cuando se continuó la reacción, la línea -5- se obstruyó 21 días después de que las condiciones de funcionamiento se hubieran estabilizado, y no se pudo producir un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

## [Ejemplo comparativo 4]

## Etapa (D-1): Producción de un compuesto que tiene grupos ureido

65 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 26.

Se mezclaron 22,5 kg de 1-octanol y 2,27 kg de urea en el tanque de almacenamiento - 601- calentado a 120°C con

la línea -63- cerrada y el líquido mixto se transfirió al tanque de agitación -603- calentado a 120°C. Mientras se agitaba el tanque de agitación -603-, se suministraron 1,34 kg de amina orgánica en forma de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina desde el tanque de almacenamiento -602- hasta el tanque de agitación -603- a través de la línea -62- a una velocidad de aproximadamente 10 g/min. Después de terminar de suministrar la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, se llevó a cabo agitación durante aproximadamente 2 horas seguido, de obtención de muestras del líquido de reacción. Como resultado del análisis del líquido de reacción mediante cromatografía de líquidos, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente el 7,8% en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue de 6.800 ppm. La línea -63- se abrió y el la solución se transfirió al tanque de almacenamiento -604- a través de la línea -63-.

Etapa (D-2): Producción de un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido y recuperación de urea

A continuación, se utilizó el aparato mostrado en la figura 26.

La columna de relleno -605- rellena con un relleno (Helipack No. 3) se calentó a 190°C. El líquido de reacción obtenido en la etapa (D-1) se alimentó a una velocidad de aproximadamente 1,1 g/min desde la línea -64- proporcionada en la columna de relleno -605-. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, la muestra en ese momento fue descartada. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estacionario fue de aproximadamente 23,4 kg. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 a través de la línea -66- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -605-. Un componente de la fase gaseosa se condensó a partir de la línea -65- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -605- con el condensador 606 y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 609 a través del separador de gas-líquido -608-. Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el componente condensado contenía 1-octanol y urea. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue de 8,80 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía éster (1-octílico) del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico y el rendimiento de éster (1-octílico) del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilamidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 90%. El líquido de reacción contenía 7,1 ppm de amoníaco.

Etapa (D-3): Producción de isocianato mediante descomposición térmica de un éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 28.

El aparato de destilación en película fina -802- que tenía un área de superficie conductora del calor de 0,2 m<sup>2</sup> se calentó a 250°C y la presión dentro del aparato de destilación en película fina se fijó a aproximadamente 0,8 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -610- en la etapa (D-2) se colocó en el tanque de almacenamiento -801- y se suministró al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 890 g/h a través desde la línea -80-. Un componente líquido se extrajo de la línea -82- dispuesta en la parte inferior del aparato de destilación en película fina -802- y se recuperó en el tanque de almacenamiento -803-. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento -803- se suministró de nuevo al aparato de destilación en película fina -802- a través de la -83-. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de isoforona y 1-octanol se extrajo a partir de la línea -81- dispuesta en la parte superior del aparato de destilación en película fina -802-. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación -604- y los componentes de punto de ebullición baja se separaron por destilación. Se suministró un componente en fase líquida a la columna de destilación -809- a partir de la línea -88- dispuesta en la columna de destilación -804- en una parte inferior a la línea de alimentación y, a continuación, se sometió a separación por destilación. El componente de la fase gaseosa se condensó en el condensador -810- a través de la línea 89 y se recuperó en el tanque de almacenamiento -812- a través del separador de gas-líquido -811-.

Cuando el condensado se analizó mediante RMN de <sup>1</sup>H y cromatografía de gases, se descubrió que contenía aproximadamente el 93% en peso de diisocianato de isoforona y aproximadamente el 4% en peso de éster (1-octílico) del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. El rendimiento basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue de aproximadamente el 53%.

[Ejemplo comparativo 5]

Etapa (E-1): Producción de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido

La producción de uretano se llevó a cabo en un reactor como se muestra en la figura 21.

Se mezclaron 1,20 kg de hexametilendiamina, 29,8 kg de 1-nonanol y 2,36 kg de urea para preparar una solución de materia prima. La columna de relleno -102- se calentó a 220°C, la presión dentro de la columna se fijó a 50 kPa, se introdujo un líquido mixto que tenía la misma composición que la solución de materia prima a través de la línea -1-

dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102- y, después de que se estabilizaran las condiciones de funcionamiento, la solución de materia prima se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min y el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- a través de la línea -4- dispuesta en la parte inferior de la columna de relleno -102-. Un componente de la fase gaseosa se recuperó de la línea -2- dispuesta en la parte superior de la columna de relleno -102-, se condensó en el condensador -103- mantenido a aproximadamente 85°C y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento -104-. La cantidad de líquido de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento -105- fue de 28,2 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó mediante cromatografía de líquidos y RMN de <sup>1</sup>H, se descubrió que el líquido de reacción contenía N,N'-hexanodil-di(éster nonilfenílico del ácido carbámico) y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(éster nonilfenílico del ácido carbámico) basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 91%. El líquido de reacción contenía 6,9 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se llevaron a cabo las determinaciones de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>13</sup>C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento -104-, se descubrió que era una mezcla de 1-nonanol y urea, el contenido de urea fue de aproximadamente 1,33 kg (22,1 mol) y el contenido de 1-nonanol fue de 3,72 kg (25,8 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea -5- dispuesta en la parte superior del tanque de almacenamiento -104-. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa estanca a los gases para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperado por 10 minutos fue de 0,40 g (23,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó mediante GC-MS, la cantidad entre grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue de 0,039 mmol.

#### Etapa (E-2): Producción de isocianato

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que se calentó el aparato de destilación en película fina 702 a 220°C, se estableció la presión dentro del aparato de destilación en película fina a aproximadamente 1,3 kPa y se suministró la solución obtenida en la etapa (E-1) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento -105- en el ejemplo 1 al aparato de destilación en película fina a la velocidad de aproximadamente 1.790 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento -707- a una velocidad de aproximadamente 61 g/h. El condensado fue diisocianato de hexametileno. El rendimiento de diisocianato de hexametileno basándose en hexametildiamina fue de aproximadamente el 54%.

#### [Ejemplo 78]

Una composición que contenía el 21,5% en peso de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma de carbamato de bis(4-(2,4,4-trimetilpentano-2-il)fenil)hexan-1,6-diilo, el 78% en peso de una composición hidroxilada aromática en forma de 4-(2,4,4-trimetilpentano-2-il)fenol y 12 ppm de amoníaco se colocó en un recipiente de almacenamiento SUS de 100 l a aproximadamente 1/2 del volumen del mismo, seguido de sustitución de la parte interior del recipiente de almacenamiento con nitrógeno y almacenamiento durante 1.095 días en un ambiente de almacenamiento que se encuentra en el distrito de Kojima de la ciudad de Kurashiki en la Prefectura de Okayama de Japón. Durante el período de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40°C (controlada a aproximadamente 30 a 50°C). Durante el período de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0°C o subió a aproximadamente 50°C debido a los efectos de las obstrucciones de agua, apagones y mantenimiento de las fábricas. Además, la temperatura subió una vez a aproximadamente 80°C debido a un mal funcionamiento. Cuando la composición se analizó después del almacenamiento, el dicarbamato de bis(4-(2,4,4-trimetilpentano-2-il)fenil)-hexan-1,6-diilo estaba contenido al 99% molar en comparación con antes de su almacenamiento. Después del período de almacenamiento, la composición se calentó a 180°C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230°C) a un destilador de película fina utilizando una bomba de líquido. Se llevó a cabo una reacción de descomposición térmica confirmando las condiciones de funcionamiento que contenían una temperatura del destilador de película fina de 230°C, un tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos y una presión en el intervalo de 0,3 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las inmediaciones del centro de una columna de destilación de bandeja de tamiz que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se llevó a cabo mientras se redujo la presión de presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de 150 a 300°C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue de aproximadamente 0,3 KPa). El isocianato derivado del dicarbamato del bis(4-(2,4,4-trimetilpentano-2-il)fenil)-hexan 1,6-diilo en forma 1,6-diisocianato de hexano se obtuvo de la parte superior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio hasta la finalización de la operación debido a las fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel de rendimiento más alto durante el período operativo, el rendimiento 1,6-diisocianato de hexano basado en dicarbamato de bis(4-(2,4,4-trimetilpentano-2-il)fenil)hexan-1,6-diilo fue del 92,9% molar. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y el transporte, y no se observó formación de sólidos dentro de la columna de destilación.

#### [Ejemplos 79 a 122 y ejemplos comparativos 6 y 7]

El almacenamiento y la descomposición térmica se llevaron a cabo en composiciones de la misma manera que en el ejemplo 78, con la excepción de las relaciones de la composición del éster de -O-Ar del ácido carbámico

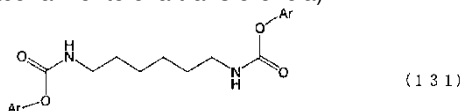


5 N-sustituido, la composición hidroxilada aromática, el amoníaco y el derivado del ácido carbónico y similares, y los resultados de la destilación se muestran en las tablas 2 a 8. Cuando se utiliza un compuesto hidroxilado aromático que tiene un punto de ebullición estándar más bajo que el punto de ebullición estándar de 1,6-diisocianato de hexano, una columna de destilación de relleno que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 20 placas teóricas (relleno: Metal Gauze CY Packing fabricado por Sulzer Chemtech Ltd.) se instaló junto con la columna de destilación descrita anteriormente y se introdujo una fase gaseosa extraída de la parte superior de la columna de destilación de placa de tamiz en las inmediaciones del centro de la columna de destilación de relleno para separar el hexano 1,6-diisocianato y el compuesto hidroxilado aromático (el rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano se muestra como el valor obtenido analizando la fase gaseosa en la parte superior de la columna de destilación de placa de tamizado y la columna de destilación de relleno se instaló para la purificación industrial).

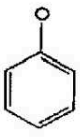
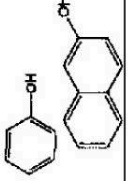
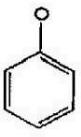
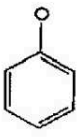
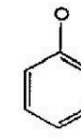
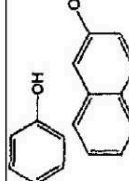
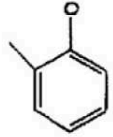
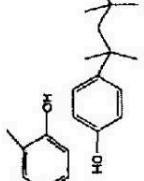
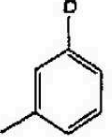
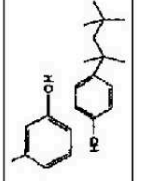

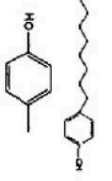
15 En las tablas, un grupo Ar-O representa un grupo Ar-O que compone un grupo ácido carbámico -O-Ar en el éster de Ar -O- del ácido carbámico N-sustituido (es decir, el grupo Ar-O en la siguiente fórmula (131)), y ArOH representa un compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática. El contenido de cada componente en la composición se representa como un porcentaje en peso (% en peso) obtenido redondeando los contenidos de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática y el agua al número de dígitos significativos del aparato de análisis o menos, el amoníaco y los componentes metálicos se expresan en ppm, mientras que otros componentes (tales como, el derivado del ácido carbónico) se indican como la relación del número de moléculas y los grupos O-Ar del ácido carbámico del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido.

20 Los espectros de RMN de  $^1\text{H}$  de las composiciones de los ejemplos 84, 104 y 120 se muestran en las figuras 32, 33 y 35 respectivamente. (A menos que se indique lo contrario, no se produjeron fenómenos tales como, obstrucción o formación de sólidos durante el almacenamiento o la transferencia).

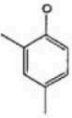
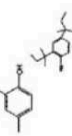

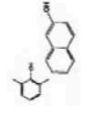

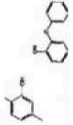
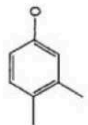
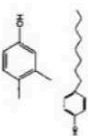
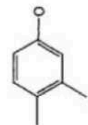
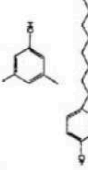
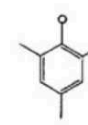
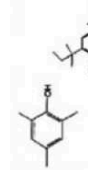
25


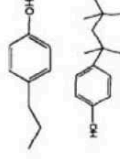


[Tabla 2]











	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 79		27,2		42,5 30	5	Ion Fe: 20 ppm Ion Ni: 15 ppm	98,5	93,7
Ejemplo comparativo 6		99			5		12,6	(formación de sólidos, obstrucción de la bomba)
Ejemplo comparativo 7		25,5			5	Metanol: 72,5, dilaurato de dibutylestano, 2010 ppm	12,4	(formación de sólidos, obstrucción de la bomba)
Ejemplo 80		1,5		86 10	100	Ion Fe: 20 ppm Ion Ni: 15 ppm Dilaurato de dibutylestano 2010 ppm	19,3	2,0
Ejemplo 81		25,5		37 36	80	Dilaurato de dibutylestano 100 ppm Éster de ácido carbónico total: 0,001	85,5	81,4
Ejemplo 82		46		40 13,8	295	Agua: 90 ppm	70,6	66,9
Ejemplo 83		26,2		43 30	350	Ion Fe: 20 ppm Ion Ni: 30 ppm Dilaurato de dibutylestano 300 ppm	73,7	65,8

[Tabla 3]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 84		24,8		48 24,8	15	Compuestos totales que tienen grupos biuret: 0,005, ion Al: 40 ppm	76,2	71,2
Ejemplo 85		25,2		23 50	11	Urea: 0,001 Ion Al: 40 ppm	94,4	89,7
Ejemplo 86		24,2		33 41,3	950	Urea: 0,005 Dilaurato de dibutilestano: 590 ppm	76,4	60,5
Ejemplo 87		2,5		31 65	900	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005 Dilaurato de dibutilestano: 290 ppm	88,1	22,5
Ejemplo 88		5,5		31 62	1.050	Compuestos totales que contienen grupos biuret terminales: 0,005 Dilaurato de dibutilestano: 60 ppm	89,7	45,2
Ejemplo 89		24		23 50	80	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005 Dilaurato de dibutilestano: 30 ppm	94,7	82,3

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 90		24,3		37  25,6	800	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005 Compuestos totales que contienen grupos biuret terminales: 0,005 Dilaurato de dibutilestano: 60 ppm agua: 0.5 % p	73,3	65,4

[Tabla 4]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 91		24		14 60	20	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005	96,0	93,0
Ejemplo 92		40		17 40	10	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005	80,5	78,4
Ejemplo 93		24,3		23 50	5	Urea: 0,005 Dilaurato de dibutilsteaño: 40 ppm agua: 0,5 % en peso	90,5	85,9
Ejemplo 94		24		20 53	15	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	90,6	88,7
Ejemplo 95		22		15 60	5	Compuestos totales que contienen grupos biuret terminales: 0,005 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	98,5	97,0


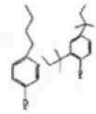

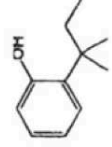
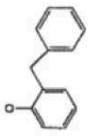
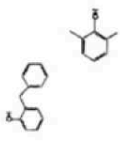
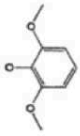
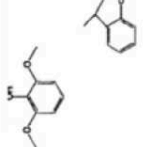
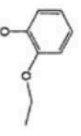
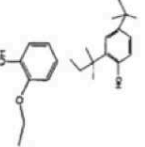

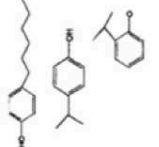



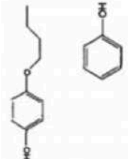


	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-disocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 96		20		26 52	10	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005 Dilaurato de dibutilestano: 60 ppm	75,0	71,3
Ejemplo 97		23,2		75,5		Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005 Compuestos totales que contienen grupos biuret terminales: 0,005	96,1	92,9



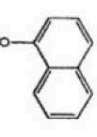
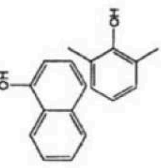
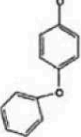
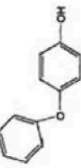
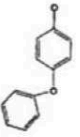
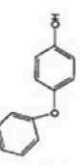
Tabla 5]

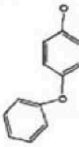
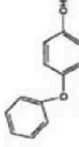
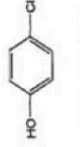


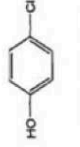

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 98		22		68 8	18	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	95,8	93,2
Ejemplo 99		6		22 71	480	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,015	88,5	32,0
Ejemplo 100		20,5		38,2 40	290	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,020 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,015	91,2	87,5
Ejemplo 101		22,3		64,3 6 6	11	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005 urea: 1	88,0	86,0

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 102		22		55	11	Naftaleno: 20 % en peso Compuestos totales que contienen grupos biuret terminales: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	94,9	88,6
Ejemplo 103		23		65 10	250	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	97,4	92,6
Ejemplo 104		21		71,5	11	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos totales que contienen grupos biuret terminales: 0,005, urea: 1	99,5	94,8

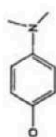
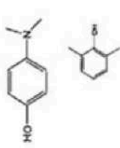
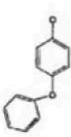
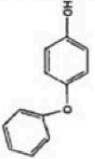
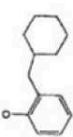
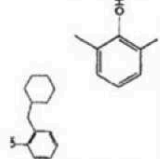

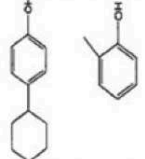



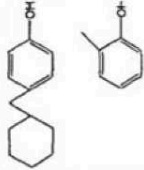
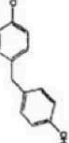
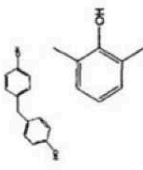
[Tabla 6]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 105		23		75	12	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	99,2	97,2
Ejemplo 106		23		56 18,7	13	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	98,8	97,5
Ejemplo 107		1,5		97	25	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	75,0	15,0
Ejemplo 108		2,5		95	25	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	94,6	16,0

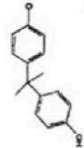
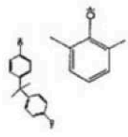
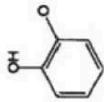
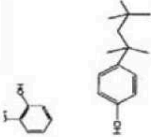
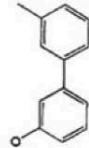
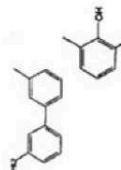
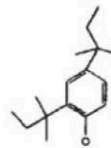
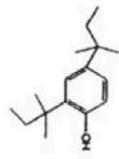
	Grupo Ar-O	Contenido de éster de ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-disocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 109		11,2	  	87	14	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	96,4	90,0
Ejemplo 110		24,8	 	20 53	350	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,022 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,015	78,0	45,5

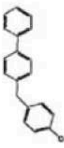
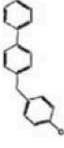

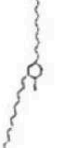
[Tabla 7]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 111		24,4		20 54,5	310	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,022 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,015	76,0	47,3
Ejemplo 112 (Compuesto hidroxilado aromático eliminado parcialmente de la composición almacenada del ejemplo 108)		11,2		87	1	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	94,5	87,0
Ejemplo 113		22		60 16	13	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	99,6	92,6
Ejemplo 114		22,8		65 10	14	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005 Carbonato de difenilo: 0,01	98,7	92,5

	Grupo Ar-O	Contenido de éster del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 115		22	ArOH 	65 9,8	75	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005, Carbonato de ditolilo: 0,01	96,7	92,8
Ejemplo 116		10		73 14	500	Urea: 0,05 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,05, Carbonato de dixililo: 0,06, dilaureato de dibutilo: 650 ppm	27,0	17,8

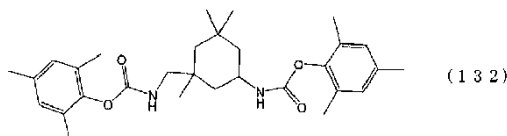
[Tabla 8]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 117		10		15 72	200	Urea: 0,05 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,05 Carbonato de dioxido: 0,06	79,0	17,5
Ejemplo 118		24		33 40	600	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	94,1	16,5
Ejemplo 119		13		60 24	12	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	99,3	94,5
Ejemplo 120		6,5		92	310	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005 Urea: 0,001	90,2	72,5

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 121		4		95	250	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005, urea: 0,001	93,0	28,7
Ejemplo 122		2,5		94	1.050	Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,02, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,05, Urea: 0,01	92,7	35,6

## [Ejemplo 123]

Una composición que contenía un 26% en peso de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (132), el 72% en peso de una composición hidroxilada aromática en forma de 2,4,6-trimetilfenol, 80 ppm de amoníaco, 0,1 de urea (relación entre el número de moléculas de urea y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de mesitilo (relación entre el número de moles de carbamato de mesitilo y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) se colocó en un recipiente de almacenamiento SUS, de 100 l a aproximadamente 1/2 del volumen del mismo, seguido de la sustitución del interior de el recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y el almacenamiento durante 1095 días en un entorno de almacenamiento que se encuentra en el distrito de Kojima de la ciudad de Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el período de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40°C (controlada a aproximadamente 30 a 50°C). Durante el período de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0°C o subió a aproximadamente 50°C debido a los efectos de las obstrucciones de agua, apagones y mantenimiento de las fábricas. Además, la temperatura subió una vez a aproximadamente 80°C debido a un mal funcionamiento. Cuando se analizó la composición después del almacenamiento, el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido en el 97% molar en comparación con antes del almacenamiento. Después del período de almacenamiento, la composición se calentó a 180°C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230°C) a un destilador de película fina utilizando una bomba de líquido. Se llevó a cabo una reacción de descomposición térmica confirmando las condiciones de funcionamiento que contenían una temperatura del destilador de película fina de 230°C, un tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos y una presión en el intervalo de 0,3 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las inmediaciones del centro de una columna de destilación de bandeja de tamiz que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se llevó a cabo mientras se redujo la presión de presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de 150 a 300°C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue de aproximadamente 0,5 KPa). El isocianato derivado del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma de 5-isocianato-1-(isocianatometil)-1,3,3-trimetilciclohexano (diisocianato de isoforona) se obtuvo de la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio hasta la finalización de la operación debido a las fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel de rendimiento más alto durante el período operativo, el rendimiento del diisocianato de isoforona basado en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido al comienzo del almacenamiento fue del 93% molar. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y el transporte, y no se observó formación de sólidos dentro de la columna de destilación.

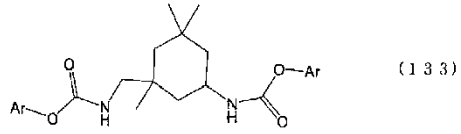


## [Ejemplos 124 a 145 y Ejemplo comparativo 8]

El almacenamiento y la descomposición térmica se llevaron a cabo en composiciones en las mismas condiciones que en el ejemplo 123, con la excepción de las relaciones compuestas del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática, el amoníaco y el derivado del ácido carbónico y similares, y los resultados de la destilación se muestran en las tablas 16 a 12. Cuando se utiliza un compuesto hidroxilado aromático que tiene un punto de ebullición estándar menor que el punto de ebullición estándar de diisocianato de isoforona, una columna de destilación de relleno que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 20 placas teóricas (relleno: Metal Gauze CY Packing fabricado por Sulzer Chemtech Ltd.) se instaló junto con la columna de destilación descrita anteriormente y se introdujo una fase líquida extraída de la parte inferior de la columna de destilación de placa de tamiz en las inmediaciones del centro de la columna de destilación de relleno para separar el diisocianato de isoforona y el compuesto hidroxilado aromático (el rendimiento de diisocianato de isoforona se muestra como el valor obtenido analizando la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de la placa de tamizado y la columna de destilación de relleno se instaló para la purificación industrial).












En las tablas, un grupo Ar -O- representa un grupo Ar-O que compone un grupo ácido carbámico -O-Ar en el éster de Ar -O- del ácido carbámico N-sustituido (es decir, el grupo Ar-O en la siguiente fórmula (133)), y ArOH representa un compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática. El contenido de cada componente en la composición se representa como un porcentaje en peso (% en peso) obtenido redondeando los contenidos de éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática y el agua al número de dígitos significativos del aparato de análisis o menos, el amoníaco y los componentes metálicos se expresan en ppm, mientras que otros componentes (tales como, el derivado del ácido carbónico) se indican como la relación del número de moléculas y los grupos O-Ar del ácido carbámico del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. (A menos que se indique lo contrario, no se produjeron fenómenos tales como, obstrucción o formación

de sólidos durante el almacenamiento o la transferencia).

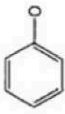
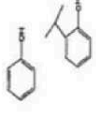
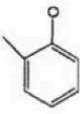
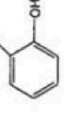

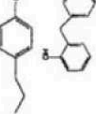
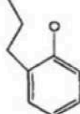
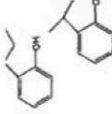

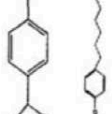




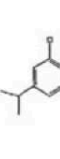
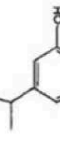


[Tabla 9]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 124		26,6		68,0	10	Urea: 0,001, Carbamato de mesitilo: 0,001	98,0	94,2
Ejemplo 125		42,1		55,0	50	Urea: 0,001, Carbamato de mesitilo: 0,001	98,0	94,8
Ejemplo 126		67,0		32,0	60	Urea: 0,001, Carbamato de mesitilo: 0,001, agua: 100 ppm	80,5	85,7
Ejemplo 127		7,0		92,0	80	Urea: 0,005, Carbamato de mesitilo: 0,001, Ion Fe: 50 ppm, Ion Ni: 60 ppm	54,5	32,0
Ejemplo 128		60,0		35,0	10	Urea: 0,001, Carbamato de fenilo N-sustituido: 0,001	92,2	87,5
Ejemplo comparativo 8		97,3			5	Dilaurato de dibutilestaño: 2010 ppm	12,4	(formación de sólidos, obstrucción de la bomba)

[Tabla 10]

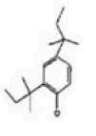
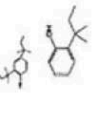
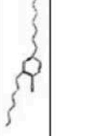
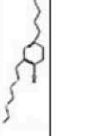
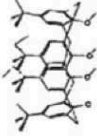
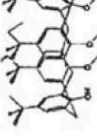

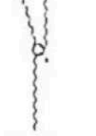
	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 129		30,0		38,0 30,0	50	Ion Fe: 20 ppm Ion Ni: 15 ppm	93,5	88,7
Ejemplo 130		28,9		68,0	80	Dilaurato de dibutilestaño 10 ppm, éster total del ácido carbónico: 0,001	96,0	91,1
Ejemplo 131		26,2		40,0 31,0	50	Carbamato de butilfenilo N-sustituido 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 20 ppm, agua 0,5 % en peso	96,8	92,2
Ejemplo 132		35,0		50,0 10,0	20	Carbamato de butilfenilo N-sustituido: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,004, Oxígeno: 5 ppm	92,0	88,5
Ejemplo 133		1,3		30,0 68,0	500	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,002, Dilaurato de dibutilestaño: 600 ppm, agua: 0,5 % en peso	60,2	5,6

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 134		8,8		91,0	11	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005	96,0	93,0
Ejemplo 135		2,0		97,0	100	Ion Fe: 20 ppm Ion Ni: 15 ppm Oxígeno: 50 ppm	70,9	16,5

[Tabla 11]

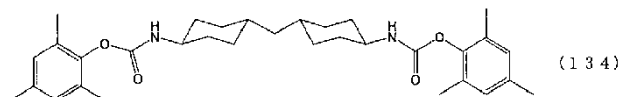
	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 136		35,0		65,0	5		99,7	97,0
Ejemplo 137		24,0		53,1 20,0	310	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biuret terminal: 0,005 dilaurato de dibutilestaño: 60 ppm	95,8	88,2
Ejemplo 138		24,2		75,6	10		99,6	94,5
Ejemplo 139		5,0		94,0	10	Ion Fe: 5 ppm Ion Ni: 5 ppm Oxígeno: 50 ppm	97,3	31,2
Ejemplo 140		6,5		92,0	1.050	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005, Dilaurato de dibutilestaño: 60 ppm	81,1	36,4
Ejemplo 141		4,0		46,0 50,0	20		89,0	32,0

Tabla 12]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 142		7,0		63,0 30,0	20		89,0	40,5
Ejemplo 143		21,7		76,0	2.100		91,4	64,3
Ejemplo 144		2,3		96,0	2.900	Urea: 0,06, Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,01	88,1	29,0
Ejemplo 145		2,2		96,0	3.100	Urea: 0,06, Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,01	83,2	12,5

## [Ejemplo 146]

Una composición que contiene un 28% en peso de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (134), el 70% en peso de una composición hidroxilada aromática en forma de 2,4,6-trimetilfenol, 12 ppm de amoníaco, 0,1 de urea (relación entre el número de moléculas de urea y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de mesitilo (relación entre el número de moles de carbamato de mesitilo y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) se colocó en un recipiente de almacenamiento SUS de 100 l, seguido de la sustitución del interior del recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y el almacenamiento durante 1095 días en un entorno de almacenamiento que se encuentra en el distrito de Kojima de la ciudad de Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el período de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40°C (controlada a aproximadamente 30 a 50°C). Durante el período de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0°C o subió a aproximadamente 50°C debido a los efectos de las obstrucciones de agua, apagones y mantenimiento de las fábricas. Además, la temperatura subió una vez a aproximadamente 80°C debido a un mal funcionamiento. Cuando se analizó la composición después del almacenamiento, el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido al 96% molar en comparación con antes del almacenamiento. Después del período de almacenamiento, la composición se calentó a 180°C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230°C) a un destilador de película fina utilizando una bomba de líquido. Se llevó a cabo una reacción de descomposición térmica confirmando las condiciones de funcionamiento que contenían una temperatura del destilador de película fina de 230°C, un tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos y una presión en el intervalo de 0,3 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las inmediaciones del centro de una columna de destilación de bandeja de tamiz que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se llevó a cabo mientras se redujo la presión de presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de 150 a 300°C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue de aproximadamente 0,5 KPa). El isocianato derivado del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma de 4,4'-metilénbis(ciclohexilisocianato) se obtuvo de la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio hasta la finalización de la operación debido a las fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel de rendimiento más alto durante el período operativo, el rendimiento del 4,4'-metilénbis(ciclohexilisocianato) basado en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido al comienzo del almacenamiento fue del 92% molar. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y el transporte, y no se observó formación de sólidos dentro de la columna de destilación.



## [Ejemplos 147 a 164 y Ejemplo comparativo 9]


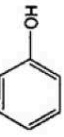

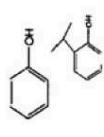
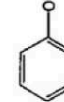
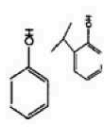
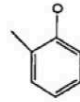
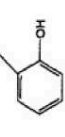

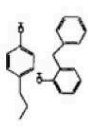
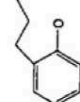

El almacenamiento y la descomposición térmica se llevaron a cabo en composiciones en las mismas condiciones que en el ejemplo 146, con la excepción de las relaciones compuestas del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática, el amoníaco y el derivado del ácido carbónico y similares, y los resultados de la destilación se muestran en las tablas 13 a 15. Cuando se utiliza un compuesto hidroxilado aromático que tiene un punto de ebullición estándar más alto que el punto de ebullición estándar de 4,4'-metilénbis(ciclohexilisocianato), una columna de destilación de relleno que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 20 placas teóricas (relleno: Metal Gauze CY Packing fabricado por Sulzer Chemtech Ltd.) se instaló junto con la columna de destilación descrita anteriormente y se introdujo una fase líquida extraída de la parte inferior de la columna de destilación de placa de tamiz en las inmediaciones del centro de la columna de destilación de relleno para separar el 4,4'-metilénbis(ciclohexilisocianato) y el compuesto hidroxilado aromático (el rendimiento de 4,4'-metilénbis(ciclohexilisocianato) se muestra como el valor obtenido analizando la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de la placa de tamizado y la columna de destilación de relleno se instaló para la purificación industrial).

En las tablas, un grupo Ar -O- representa un grupo Ar-O que compone un grupo ácido carbámico -O-Ar en el éster de Ar -O- del ácido carbámico N-sustituido (es decir, el grupo Ar-O en la siguiente fórmula (135)), y ArOH representa un compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática. El contenido de cada componente en la composición se representa como un porcentaje en peso (% en peso) obtenido redondeando los contenidos de éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática y el agua al número de dígitos significativos del aparato de análisis o menos, el amoníaco y los componentes metálicos se expresan en ppm, mientras que otros componentes (tales como, el derivado del ácido carbónico) se indican como la relación del número de moléculas y los grupos O-Ar del ácido carbámico del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. (A menos que se indique lo contrario, no se produjeron fenómenos tales como, obstrucción o formación


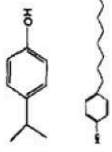
de sólidos durante el almacenamiento o la transferencia).



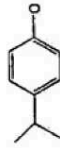
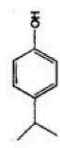
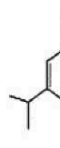

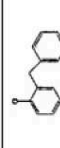
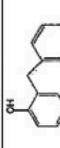
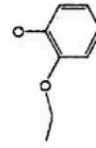
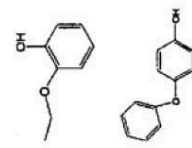
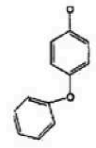
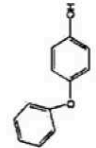
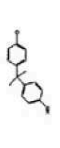
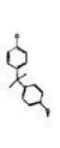
[Tabla 13]

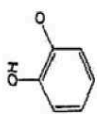
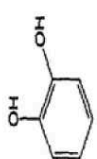
	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 147		32,4		65	8	Urea: 0,001, Carbamato de fenilo no N-sustituido: 0,001	97,0	92,0
Ejemplo comparativo 9		31,2		27 20	5	Metanol: 65 % en peso Dilaurato de dibutilestaño: 2010 ppm	12,5	(formación de sólidos, obstrucción de la bomba)
Ejemplo 148		52,0		27 20	48	Ion Fe: 20 ppm Ion Ni: 15 ppm	88,0	85,0
Ejemplo 149		25,0		65	73	Dilaurato de dibutilestaño: 10 ppm Éster del ácido carbónico total: 0,001	96,0	91,0
Ejemplo 150		27,0		50 15	35	Carbamato de butilfenilo no N-sustituido: 0,005	94,0	90,0
Ejemplo 151		35,0		50 10	18	Carbamato de butilfenilo no N-sustituido: 0,005 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,004, oxígeno: 5 ppm	92,0	88,0



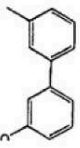


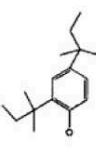
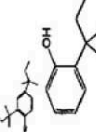
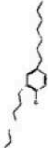
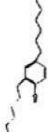
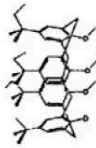
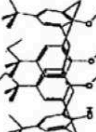
	Grupo Ar-O	Contenido de éster del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoníaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar frente al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 152		1,4		30 68	480	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,01, Dilaurato de dibutilestaño: 600 ppm, agua: 0,5 % en peso	60,0	5,6



[Tabla 14]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 153		40,0		60	16		91,0	87,0
Ejemplo 154		2,0		97	90	Ion Fe: 5 ppm Ion Ni: 15 ppm Oxígeno: 50 ppm	70,0	16,5
Ejemplo 155		35,0		65	5		99,8	97,0
Ejemplo 156		25,0		30	305	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005, dilatareato de dibutilestaño: 60 ppm	96,5	90,8
Ejemplo 157		8,0		91,5	12	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	99,5	94,4
Ejemplo 158		5,0		94	11	Ion Fe: 5 ppm Ion Ni: 5 ppm Oxígeno: 50 ppm	97,3	29,2

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 159		6,5		92	1.030	<p>Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005,</p> <p>Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005</p> <p>Dilaurato de dibutylestearato: 60 ppm</p>	81,0	36,0

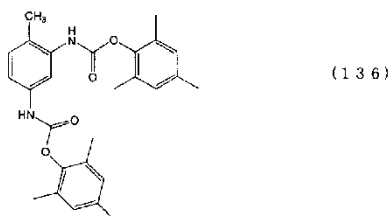
[Tabla 15]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 160		4,9	 	45 50	18	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,015	89,0	32,0
Ejemplo 161		7,0		63 30	18		89,0	40,0
Ejemplo 162		20,0		65	2050	Urea: 0,05, Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,01	91,0	64,3
Ejemplo 163		2,3		96	2800	Urea: 0,06, Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,01	88,0	29,0

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 164		2,2		96	3050	Urea: 0,06, Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,01	83,0	12,5

## [Ejemplo 165]

Una composición que contiene un 24% en peso de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (136), el 74% en peso de una composición hidroxilada aromática en forma de 2,4,6-trimetilfenol, 10 ppm de amoníaco, 0,01 de urea (relación entre el número de moléculas de urea y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de mesitilo (relación entre el número de moles de carbamato de mesitilo y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) se colocó en un recipiente de almacenamiento -100- I SUS, seguido de la sustitución del interior de el recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y el almacenamiento durante 1095 días en un entorno de almacenamiento que se encuentra en el distrito de Kojima de la ciudad de Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el período de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40°C (controlada a aproximadamente 30 a 50°C). Durante el período de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0°C o subió a aproximadamente 50°C debido a los efectos de las obstrucciones de agua, apagones y mantenimiento de las fábricas. Además, la temperatura subió una vez a aproximadamente 80°C debido a un mal funcionamiento. Cuando se analizó la composición después del almacenamiento, el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido el 96% molar en comparación con antes del almacenamiento. Después del período de almacenamiento, la composición se calentó a 180°C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230°C) a un destilador de película fina utilizando una bomba de líquido. Se llevó a cabo una reacción de descomposición térmica confirmando las condiciones de funcionamiento que contenían una temperatura del destilador de película fina de 230°C, un tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos y una presión en el intervalo de 0,3 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las inmediaciones del centro de una columna de destilación de bandeja de tamiz que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se llevó a cabo mientras se redujo la presión de presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de 150 a 300°C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue de aproximadamente 0,3 KPa). El isocianato derivado del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma de 2,4-diisocianato-1-metilbenceno (2,4-TDI) se obtuvo de la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio hasta la finalización de la operación debido a las fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel de rendimiento más alto durante el período operativo, el rendimiento del 2,4-TDI basado en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido al comienzo del almacenamiento fue de del 93% molar. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y el transporte, y no se observó formación de sólidos dentro de la columna de destilación.



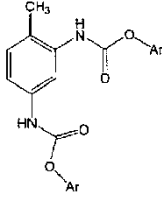
## [Ejemplos 166 a 183 y ejemplo comparativo 10]

El almacenamiento y la descomposición térmica se llevaron a cabo en composiciones en las mismas condiciones que en el ejemplo 165, con la excepción de las relaciones compuestas del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática, el amoníaco y el derivado del ácido carbónico y similares, y los resultados de la destilación se muestran en las tablas 16 a 18. Cuando se utiliza un compuesto hidroxilado aromático que tiene un punto de ebullición estándar más alto que el punto de ebullición estándar de 2,4-TDI, una columna de destilación de relleno que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 20 placas teóricas (relleno: Metal Gauze CY Packing fabricado por Sulzer Chemtech Ltd.) se instaló junto con la columna de destilación descrita anteriormente y se introdujo una fase líquida extraída de la parte superior de la columna de destilación de placa de tamiz en las inmediaciones del centro de la columna de destilación de relleno para separar el 2,4-TDI y el compuesto hidroxilado aromático (el rendimiento de 2,4-TDI se muestra como el valor obtenido analizando la fase líquida en la parte superior de la columna de destilación de la placa de tamizado y la columna de destilación de relleno se instaló para la purificación industrial).

En las tablas, un grupo Ar-O representa un grupo Ar-O que compone un grupo ácido carbámico -O-Ar en el éster de Ar -O- del ácido carbámico N-sustituido (es decir, el grupo Ar-O en la siguiente fórmula (137)), y ArOH representa un compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática. El contenido de cada componente en la composición se representa como un porcentaje en peso (% en peso) obtenido redondeando los contenidos de éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática y el agua al número de dígitos significativos del aparato de análisis o menos, el amoníaco y los componentes metálicos se

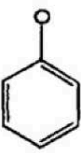

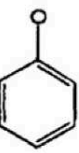

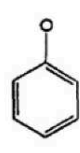

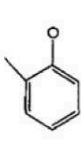


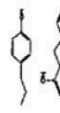
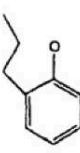
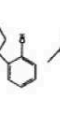
expresan en ppm, mientras que otros componentes (tales como, el derivado del ácido carbónico) se indican como la relación del número de moléculas y los grupos O-Ar del ácido carbámico del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. (A menos que se indique lo contrario, no se produjeron fenómenos tales como, obstrucción o formación de sólidos durante el almacenamiento o la transferencia).

5






( 1 3 7 )



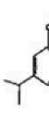
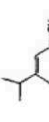


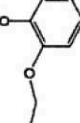
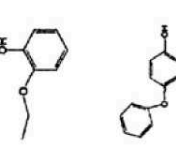
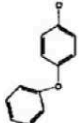
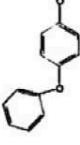
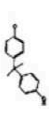
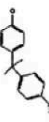
[Tabla 16]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento del (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 166		27,8		71,0	8	Urea: 0,001, Carbamato de fenilo no N-sustituido: 0,001	92	88
Comparativo Ejemplo 10		27,8				Butanol: 69,5 % en peso, dilaurato de dibutilestaño: 2.010 ppm	12	(formación de sólidos, obstrucción de la bomba)
Ejemplo 167		62,0		10,0	43	Ion Fe: 20 ppm Ion Ni: 15 ppm	75	70
Ejemplo 168		26,0		71,0	73	Dilaurato de dibutilestaño 10 ppm Éster del ácido carbónico total: 0,001	86	91
Ejemplo 169		50,0		10,0 40,0	35		90	85
Ejemplo 170		24,0		49,0 22,0	18	Carbamato de butilfenilo no N-sustituido: 0,005 Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,04, oxígeno: 5 ppm	82	78

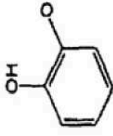
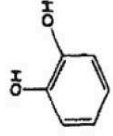
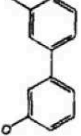
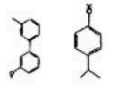
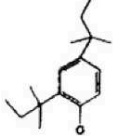
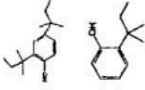
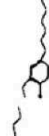
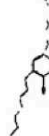


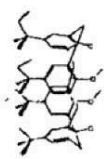
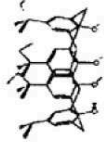
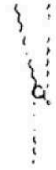

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoníaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 171		23,0	 	64,3 10,0	480	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,01, Dilaurato de dibutylestano: 600 ppm, agua: 0,5 % en peso	66	63

[Tabla 17]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 172		24,7		73,0	16	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005	100	95
Ejemplo 173		24,7		75,0	90	Ion Fe: 5 ppm Ion Ni: 15 ppm Oxígeno: 50 ppm	97	92
Ejemplo 174		32,0		68,0	5		99	95
Ejemplo 175		24,6		23,0 50,1	305	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 60 ppm	96	91
Ejemplo 176		22,0		75,0	12	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	100	94
Ejemplo 177		22,3		76,0	11	Ion Fe: 5 ppm Ion Ni: 5 ppm Oxígeno: 50 ppm	97	31

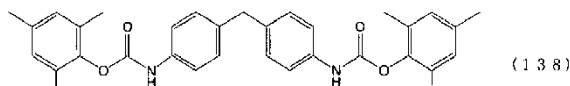
[Tabla 18]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 178		1,5		98,0	1.030	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005, diluente de dibutilestaño: 60 ppm	75	10
Ejemplo 179		45,0		30,0 25,0	18		98	87
Ejemplo 180		2,8		70,0 27,0	18	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,01	80	20
Ejemplo 181		6,0		94,5	10	Urea: 0,005, Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,0015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,001	77	40

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 182		4,0		95,5	2.800	Urea: 0,06, Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,01	84	34
Ejemplo 183		1,2		98,0	3.050	Urea: 0,06, Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,01	78	18

## [Ejemplo 184]

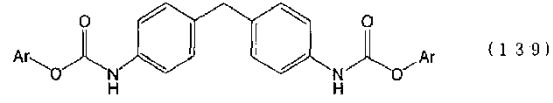
Una composición que contiene un 26% en peso de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (138), el 67% en peso de una composición hidroxilada aromática en forma de 2,4,6-trimetilfenol, 10 ppm de amoníaco, 1 de urea (relación entre el número de moléculas de urea y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de mesitilo (relación entre el número de moles de carbamato de mesitilo y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) se colocó en un recipiente de almacenamiento -100- I SUS, seguido de la sustitución del interior de el recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y el almacenamiento durante 1095 días en un entorno de almacenamiento que se encuentra en el distrito de Kojima de la ciudad de Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el período de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40°C (controlada a aproximadamente 30 a 50°C). Durante el período de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0°C o subió a aproximadamente 50°C debido a los efectos de las obstrucciones de agua, apagones y mantenimiento de las fábricas. Además, la temperatura subió una vez a aproximadamente 80°C debido a un mal funcionamiento. Cuando se analizó la composición después del almacenamiento, el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido en el 98% molar en comparación con antes del almacenamiento. Después del período de almacenamiento, la composición se calentó a 180°C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230°C) a un destilador de película fina utilizando una bomba de líquido. Se llevó a cabo una reacción de descomposición térmica confirmando las condiciones de funcionamiento que contenían una temperatura del destilador de película fina de 230°C, un tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos y una presión en el intervalo de 0,1 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las inmediaciones del centro de una columna de destilación de bandeja de tamiz que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se llevó a cabo mientras se redujo la presión de presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de 150 a 300°C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue de aproximadamente 0,5 kPa). El isocianato derivado del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma de bis(4-isocianatofenil)metano se obtuvo de la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio hasta la finalización de la operación debido a las fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel de rendimiento más alto durante el período operativo, el rendimiento del bis(4-isocianatofenil)metano basado en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido al comienzo del almacenamiento fue del 97% molar. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y el transporte, y no se observó formación de sólidos dentro de la columna de destilación.



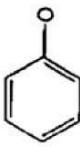

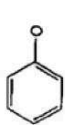
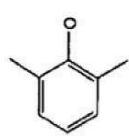
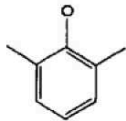
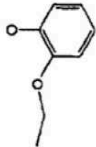
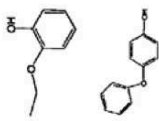


## [Ejemplos 185 a 192 y ejemplo comparativo 11]

El almacenamiento y la descomposición térmica se llevaron a cabo en composiciones en las mismas condiciones que en el ejemplo 184, con la excepción de las relaciones compuestas del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática, el amoníaco y el derivado del ácido carbónico y similares, y los resultados de la destilación se muestran en las tablas 19 y 20. Cuando se utiliza un compuesto hidroxilado aromático que tiene un punto de ebullición estándar más alto que el punto de ebullición estándar de bis(4-isocianatofenil)metano, una columna de destilación de relleno que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 20 placas teóricas (relleno: Metal Gauze CY Packing fabricado por Sulzer Chemtech Ltd.) se instaló junto con la columna de destilación descrita anteriormente y se introdujo una fase líquida extraída de la parte inferior de la columna de destilación de placa de tamiz en las inmediaciones del centro de la columna de destilación de relleno para separar el bis(4-isocianatofenil)metano y el compuesto hidroxilado aromático (el rendimiento de bis(4-isocianatofenil)metano se muestra como el valor obtenido analizando la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de la placa de tamizado y la columna de destilación de relleno se instaló para la purificación industrial).

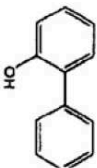
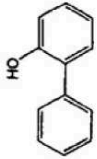


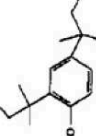
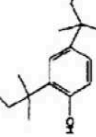
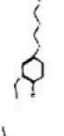

En las tablas, un grupo Ar -O- representa un grupo Ar-O que compone un grupo ácido carbámico -O-Ar en el éster de Ar-O del ácido carbámico N-sustituido (es decir, el grupo Ar-O en la siguiente fórmula (139)), y ArOH representa un compuesto hidroxilado aromático que compone la composición hidroxilada aromática. El contenido de cada componente en la composición se representa como un porcentaje en peso (% en peso) obtenido redondeando los contenidos de éster -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido, la composición hidroxilada aromática y el agua al número de dígitos significativos del aparato de análisis o menos, el amoníaco y los componentes metálicos se expresan en ppm, mientras que otros componentes (tales como, el derivado del ácido carbónico) se indican como la relación del número de moléculas y los grupos O-Ar del ácido carbámico del éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido. (A menos que se indique lo contrario, no se produjeron fenómenos tales como, obstrucción o formación de sólidos durante el almacenamiento o la transferencia).



[Tabla 19]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 185		11,0		88,0	8	Urea: 0,001, Carbamato de fenilo no N-sustituido: 0,001	92,2	87,5
Ejemplo comparativo 11		97,6			5	Dilaurato de dibutilestano 2.010 ppm	12,5	(formación de sólidos, obstrucción de la bomba)
Ejemplo 186		38,0		61,0	12	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	97,0	94,5
Ejemplo 187		22,0		17,0 55,0	29	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005, dilaurato de dibutilestano: 60 ppm	96,0	92,2
Ejemplo 188		23,0		74,0	15	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	97,0	93,7
						Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005		

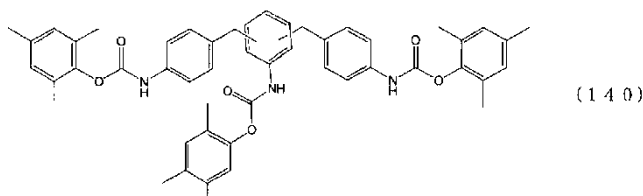
[Tabla 20]

	Grupo Ar-O	Contenido de éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (% en peso)	ArOH	Contenido del compuesto hidroxilado aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido tras almacenamiento frente a antes del almacenamiento (% molar)	Rendimiento de isocianato (% molar) (rendimiento molar vs. al éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido antes del almacenamiento)
Ejemplo 189		25,5		72,0	20	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	97,0	93,6
Ejemplo 190		41,0		57,0	18	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	97,0	88,0
Ejemplo 191		23,0		75,0	18	Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,015, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,005	78,8	74,9
Ejemplo 192		2,0		47,0 50,0	2.050	Urea: 0,05, Compuestos totales que contienen grupos ureileno: 0,005, Compuestos que contienen grupos biuret terminales: 0,01	74,2	18,0



## [Ejemplo 193]

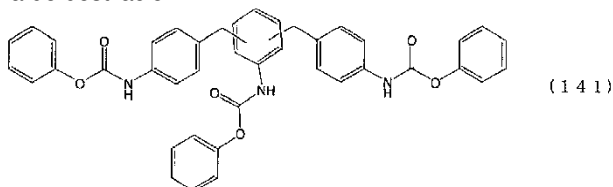
Una composición que contiene un 36% en peso de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (140), (que tiene diferentes posiciones reticuladas entre el grupo metileno y que tiene una estructura trimérica como se muestra en la fórmula siguiente para la estructura promedio de la misma), el 61% en peso de una composición hidroxilada aromática en forma de 2,4,6-trimetilfenol, 10 ppm de amoníaco, 0,01 de urea (relación entre el número de moléculas de urea y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de mesitilo (relación entre el número de moles de carbamato de mesitilo y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) se colocó en un recipiente de almacenamiento -100- I SUS, seguido de la sustitución del interior de el recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y el almacenamiento durante 1095 días en un entorno de almacenamiento que se encuentra en el distrito de Kojima de la ciudad de Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el período de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40°C (controlada a aproximadamente 30 a 50°C). Durante el período de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0°C o subió a aproximadamente 50°C debido a los efectos de las obstrucciones de agua, apagones y mantenimiento de las fábricas. Además, la temperatura subió una vez a aproximadamente 80°C debido a un mal funcionamiento. Cuando se analizó la composición después del almacenamiento, el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido en al 99% molar en comparación con antes del almacenamiento. Después del período de almacenamiento, la composición se calentó a 180°C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230°C) a un destilador de película fina utilizando una bomba de líquido. Se llevó a cabo una reacción de descomposición térmica confirmando las condiciones de funcionamiento que contenían una temperatura del destilador de película fina de 230°C, un tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos y una presión en el intervalo de 0,3 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las inmediaciones del centro de una columna de destilación de bandeja de tamiz que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se llevó a cabo mientras se redujo la presión de presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de 150 a 300°C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue de aproximadamente 0,5 KPa). El isocianato derivado del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (compuesto en el que el grupo éster del ácido carbámico del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se había convertido en grupos isocianato) se obtuvo de la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio hasta la finalización de la operación debido a las fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel de rendimiento más alto durante el período operativo, el rendimiento del isocianato basado en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido al comienzo del almacenamiento fue del 95% molar. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y el transporte, y no se observó formación de sólidos dentro de la columna de destilación.



## 40 [Ejemplo 194]

Una composición que contiene un 26% en peso de un éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido en forma del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (141), (que tiene diferentes posiciones reticuladas entre el grupo metileno y que tiene una estructura trimérica como se muestra en la fórmula siguiente para la estructura promedio de la misma), el 72% en peso de una composición hidroxilada aromática en forma de fenol, 11 ppm de amoníaco, 0,01 de urea (relación entre el número de moléculas de urea y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de fenilo (relación entre el número de moles de carbamato de fenilo y el número entre grupos éster de -O-Ar del ácido carbámico en el éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido) se colocó en un recipiente de almacenamiento -100- I SUS, seguido de la sustitución del interior de el recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y el almacenamiento durante 1095 días en un entorno de almacenamiento que se encuentra en el distrito de Kojima de la ciudad de Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el período de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40°C (controlada a aproximadamente 30 a 50°C). Durante el período de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0°C o subió a aproximadamente 50°C debido a los efectos de las obstrucciones de agua, apagones y mantenimiento de las fábricas. Además, la temperatura subió una vez a aproximadamente 80°C debido a un mal funcionamiento. Cuando se analizó la composición después del almacenamiento, el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido en al 97% molar en comparación con antes del almacenamiento. Después del período de almacenamiento, la composición se calentó a 180°C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230°C) a un destilador de película fina utilizando una bomba de líquido. Se llevó a cabo una reacción

de descomposición térmica confirmando las condiciones de funcionamiento que contenían una temperatura del destilador de película fina de 230°C, un tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos y una presión en el intervalo de 0,3 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las inmediaciones del centro de una columna de destilación de bandeja de tamiz que tiene un diámetro interno de 0,0635 m (2,5 pulgadas) y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se llevó a cabo mientras se redujo la presión de presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de 150 a 300°C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue de aproximadamente 0,5 KPa). El isocianato derivado del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido (compuesto en el que el grupo éster del ácido carbámico del éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido se había convertido en grupos isocianato) se obtuvo de la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio hasta la finalización de la operación debido a las fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel de rendimiento más alto durante el período operativo, el rendimiento del isocianato basado en el éster de -O-Ar del ácido carbámico N-sustituido al comienzo del almacenamiento fue de 97% molar. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y el transporte, y no se observó formación de sólidos dentro de la columna de destilación.



#### Aplicabilidad industrial

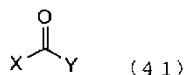
El procedimiento de producción de la presente realización permite que el éster del ácido carbámico N-sustituido se produzca sin exacerbar las unidades originales de urea. Además, puesto que el éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido con el procedimiento de producción de la presente realización es preferente como materia prima para la producción de isocianato sin utilizar fosgeno extremadamente tóxico, el procedimiento de producción según la presente realización es extremadamente útil desde el punto de vista industrial. Además, según la presente invención, la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido puede realizarse durante un período de tiempo largo al ser capaz de evitar la adhesión y la acumulación de subproductos poliméricos al recipiente de reacción durante la producción de un éster del ácido carbámico N-sustituido, teniendo así un alto valor comercial.

#### Descripción de los números de referencia

[Figura 21] -101-, -104-, -105-: tanque de almacenamiento, -102-: columna de relleno, -103-: condensador, -106-: rehervidor, -107-: separador de gas-líquido, -1-, -2-, -3-, -4-, -5-: línea  
 [Figura 22] -201-, -205-, -204-: tanque de almacenamiento, -202-: columna de relleno, -203-: condensador, -206-: rehervidor, -20-, -21-, -22-, -23-: línea  
 [Figura 23] -301-, -306-, -307-, -309-, -313-, -315-: tanque de almacenamiento, -302-, -310-: columna de relleno, -308-: tanque de agitación, -303-, -311-: condensador, -305-, -314-: rehervidor, -304-, -312-: separador de gas-líquido, 30-, -31-, -32-, -33-, -34-, -35-, -36-, -37-, -38-, -39-: línea  
 [Figura 24] -400-, -401-, -402-, -404-, -409-, -410-, -413-: tanque de almacenamiento, -403-: tanque de agitación, -406-, -411-: condensador, -407-: rehervidor, -408-, -412-: separador de gas-líquido, -40-, -41-, -42-, -43-, -44-, -45-, -46-, -47-, -48-, -49-: línea, -405-: columna de relleno  
 [Figura 25] -501-, -506-, -507-, -508-, -510-, -514-, -516-: tanque de almacenamiento, -502-, -511-: columna de relleno, -509-: tanque de agitación, -503-, -512-: condensador, -505-, -515-: rehervidor, -504-, -513-: separador de gas-líquido, -50-, -51-, -52-, -53-, -54-, -55-, -56-, -57-, -58-, -59-, -60-, -61-: línea  
 [Figura 26] -600-, -601-, -602-, -604-, -609-, -610-, -613-: tanque de almacenamiento, -603-: tanque de agitación, -606-, -611-: condensador, -605-: columna de relleno, -607-: rehervidor, -608-, -612-: separador de gas-líquido, -60-, -61-, -62-, -63-, -64-, -65-, -66-, -67-, -68-, -69-: línea  
 [Figura 27] -701-, -703-, -707-, -709-: tanque de almacenamiento, -702v: rehervidor de película fina, -704-: columna de relleno, -705-: condensador, -706-: separador de gas-líquido, -708-: rehervidor, -70-, -71-, -72-, -73-, -74-, -75-, -76-: línea  
 [Figura 28] -801-, -803-, -808-, -812-, -814-: tanque de almacenamiento, -802-: rehervidor de película fina, -804-, -809-: columna de relleno, -805-, -810-: condensador, -807-, -813-: rehervidor, -806-, -811-: separador de gas-líquido, -80-, -81-, -82-, -83-, -84-, -86-, -87-, -88-, -89-, 90-, -91-: línea  
 [Figura 29] -1001-, -1003-, -1008-, -1013-, -1018-, -1019-: tanque de almacenamiento, -1002-: rehervidor de película fina, -1004-, -1009-, -1014-: columna de destilación, -1108-: tanque de agitación, -1005-, -1010-, -1015-: condensador, -1007-, -1012-, -1017-: rehervidor, -1006-, -1011-, -1016-: separador de gas-líquido, A1, A2, A3, A4, A5, A6, A7, A8, A9, A10, A11, A12, A13, A14, A15: línea  
 [Figura 30] -1100-, -1101-, -1102-, -1104-, -1107-, -1110-: tanque de almacenamiento, -1108-: tanque de agitación, 1105-: condensador, -1106-: separador de gas-líquido, B0, B1, B2, B3, B4, B5, B6: línea  
 [Figura 31] -1201-, -1204-, -1205-: tanque de almacenamiento, -1202-: columna de relleno, -1203-: condensador, -1206-: rehervidor, -1207-: separador de gas-líquido, -C1-, -C2-, -C3-, -C4-: línea

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido derivado de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y una composición hidroxilada que contiene uno o más tipos de compuestos hidroxilados, en el que el derivado del ácido carbónico está representado por la fórmula (41):



en la que X representa un grupo amino que tiene de 0 a 20 átomos de carbono, y Y representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo amino que tiene de 0 a 20 átomos de carbono;

en el que la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición hidroxilada se hacen reaccionar con un recipiente de reacción de producción de uretano provisto de un condensador, un gas que contiene la composición de hidroxilo, un compuesto que tiene un grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico, y amoníaco formado como subproducto en la reacción, se introduce en el condensador dispuesto en el recipiente de reacción de producción de uretano, y la composición hidroxilada y el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico se condensan, y

en el que una relación estequiométrica de un compuesto hidroxilado contenido en la composición hidroxilada condensada respecto al compuesto condensado que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico es 1 o más, y

una relación del número entre grupos carbonilo (-C(=O)-) contenidos en el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico y el número de moléculas de amoníaco contenidas en el amoníaco recuperado como un gas procedente del condensador es 1 o menos,

en el que el compuesto hidroxilado es un alcohol o compuesto hidroxilado aromático.

2. Procedimiento de producción, según la reivindicación 1, en el que la composición hidroxilada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico que se han condensado mediante el condensador se vuelve a utilizar en la reacción.

3. Procedimiento de producción, según la reivindicación 1, en el que la composición hidroxilada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico que se han condensado mediante el condensador se hacen circular dentro de el recipiente de reacción de producción de uretano.

4. Procedimiento de producción, según la reivindicación 1, en el que el derivado del ácido carbónico es urea y/o éster del ácido carbámico.

5. Procedimiento de producción, según la reivindicación 1, en el que el éster del ácido carbámico N-sustituido se produce mediante un procedimiento que comprende las siguientes etapas (a) y (b):

etapa (a): una etapa de obtención de una mezcla de reacción que contiene un compuesto que tiene un grupo ureido mediante reacción de la amina orgánica y el derivado del ácido carbónico; y

etapa (b): una etapa de producción del éster del ácido carbámico N-sustituido mediante reacción del compuesto que tiene el grupo ureido, que se obtiene en la etapa (a), y la composición hidroxilada utilizando el recipiente de reacción de producción de uretano proporcionado con el condensador,

en la que un gas que contiene la composición de hidroxilo, el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico, y un amoníaco producido como subproducto en la reacción, se introduce en el condensador dispuesto en el recipiente de reacción de producción de uretano, y la composición hidroxilada y el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico se condensan.

6. Procedimiento de producción, según la reivindicación 5, en el que el derivado del ácido carbónico de la etapa (a) es urea y/o un éster del ácido carbámico.

7. Procedimiento de producción, según la reivindicación 5, en el que la reacción de la etapa (a) se lleva a cabo en presencia de, como mínimo, un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en agua, un alcohol y un compuesto hidroxilado aromático.

8. Procedimiento de producción, según la reivindicación 5, en el que la composición hidroxilada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico que se han condensado mediante el condensador en la etapa (b) se vuelve a utilizar en la reacción de la etapa (a).

9. Procedimiento de producción, según la reivindicación 4 ó 6, en el que el éster del ácido carbámico es un éster del ácido carbámico producido según la etapa (c) siguiente:

etapa (c): una etapa de producir el éster del ácido carbámico mediante reacción de una composición hidroxilada c,

en la que la composición hidroxilada c representa una composición que comprende uno o más tipos de compuestos hidroxilados) y urea.

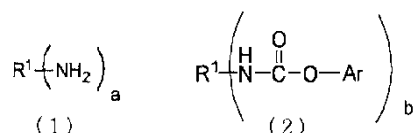
5 10. Procedimiento de producción, según la reivindicación 9, en el que el compuesto hidroxilado que compone la composición hidroxilada c es un alcohol y/o un compuesto hidroxilado aromático.

11. Procedimiento de producción, según la reivindicación 1 ó 5, en el que la composición hidroxilada condensada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del éster del ácido carbámico se vuelve a utilizar en la etapa (c).

10 12. Procedimiento de producción, según la reivindicación 1, en el que el recipiente de reacción de producción de uretano es un recipiente de reacción de tipo tanque y/o de tipo columna provisto de un condensador.

15 13. Procedimiento de producción, según la reivindicación 1, en el que el recipiente de reacción de producción de uretano tiene una fase gaseosa que contiene la composición hidroxilada, el compuesto que tiene el grupo carbonilo derivado del derivado del ácido carbónico y el amoníaco formado como subproducto en la reacción y una fase líquida en la que se lleva a cabo la reacción, y el contenido volumétrico de la fase líquida en el recipiente de reacción de producción de uretano es del 50% o menos.

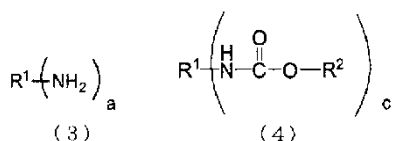
20 14. Procedimiento de producción, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 6, en el que el compuesto hidroxilado es un compuesto hidroxilado aromático, la amina orgánica es un compuesto representado por la siguiente fórmula (1) y el éster del ácido carbámico N-sustituido producido es un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (2) siguiente:



25 en la que:

30 R<sup>1</sup> representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con un grupo amino, Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha eliminado un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto hidroxilado aromático, a representa un número entero de 1 a 10; y b representa un número entero que no supera a de la amina orgánica representada por la fórmula (1).

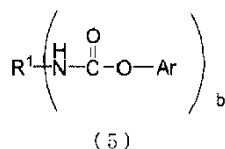
35 15. Procedimiento de producción, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 6, en el que el compuesto hidroxilado es un alcohol, la amina orgánica es un compuesto representado por la siguiente fórmula (3) y el éster del ácido carbámico N-sustituido producido es un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (4) siguiente:



40 en la que:

45 R<sup>1</sup> representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con un grupo amino, R<sup>2</sup> representa un grupo derivado de un alcohol que es un residuo en el que se ha eliminado del alcohol un único grupo hidroxilo unido a un átomo de carbono saturado del alcohol, a representa un número entero de 1 a 10; y c representa un número entero que no supera a de la amina orgánica representada por la fórmula (3).

50 16. Procedimiento de producción, según la reivindicación 15, en el que un éster de O-Ar del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (5) siguiente y que tiene un grupo éster derivado del compuesto hidroxilado aromático se produce haciendo reaccionar el éster de -O-R<sup>2</sup> del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (4) anterior y el compuesto hidroxilado aromático:



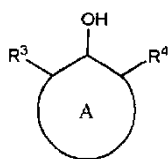
en la que:

R<sup>1</sup> representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con un grupo amino,  
Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha  
eliminado del compuesto hidroxilado aromático un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto  
hidroxilado aromático, y

b representa un número entero de 1 a a, en el que a es el mismo que se ha definido en la fórmula (3) anterior, y  
representa un número entero de 1 a 10.

17. Procedimiento de producción, según la reivindicación 14 ó 16, en el que el compuesto hidroxilado aromático es  
un compuesto hidroxilado aromático de monovalente a trivalente, en el que de monovalente a trivalente significa que  
el número entre grupos hidroxilo unidos al anillo aromático es un número entero de 1 a 3.

18. Procedimiento de producción, según la reivindicación 17, en el que el compuesto hidroxilado aromático es un  
compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (7) siguiente:

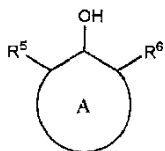


(7)

en la que:

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido,  
R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> representan, respectiva e independientemente, un átomo de hidrógeno o un grupo orgánico,  
el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50,  
y  
R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A.

19. Procedimiento de producción, según el la reivindicación 18, en el que, como mínimo, uno de los compuestos  
hidroxilados aromáticos que componen la composición hidroxilada es un compuesto hidroxilado aromático  
representado por la fórmula (8) siguiente:



(8)

en la que:

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido,  
R<sup>5</sup> y R<sup>6</sup> representan, respectiva e independientemente, cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante,  
el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50,  
y

R<sup>5</sup> y R<sup>6</sup> pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A:

(i) un átomo de hidrógeno,

(ii) un átomo de halógeno,

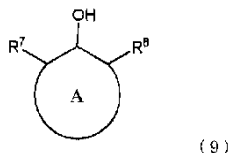
(iii) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de  
1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo el hidrógeno unido al átomo de nitrógeno en posición  $\alpha$ ),  
siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno secundario, es decir, un átomo de nitrógeno que forma un  
enlace -NH-,

(iv) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1  
a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario o secundario  
(es decir, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace -CH<sub>2</sub>-), a condición de que en el caso del  
R<sup>5</sup> y/o R<sup>6</sup> forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo aromático A y el anillo  
condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono  
terciario o cuaternario, y en el caso del carbono en la posición  $\alpha$  forma un doble enlace o triple enlace con un átomo  
en posición  $\beta$  (átomo que forma R<sup>5</sup> y R<sup>6</sup> y que también es adyacente a un átomo unido al anillo aromático del anillo  
A), así, el átomo de carbono en la posición  $\alpha$  puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y

(v) un grupo en el que el átomo en la posición  $\alpha$  es un átomo de oxígeno y el número de átomos de carbono es de 1  
a 44, y que no contiene hidrógeno activo.

20. Procedimiento de producción, según la reivindicación 19, en el que la composición hidroxilada contiene un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (8) anterior junto con un compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (9) siguiente:

5



en el que:

10 el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático simple o múltiple opcionalmente sustituido, R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup> representan, respectiva e independientemente, cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxilado aromático es un número entero de 6 a 50,

y

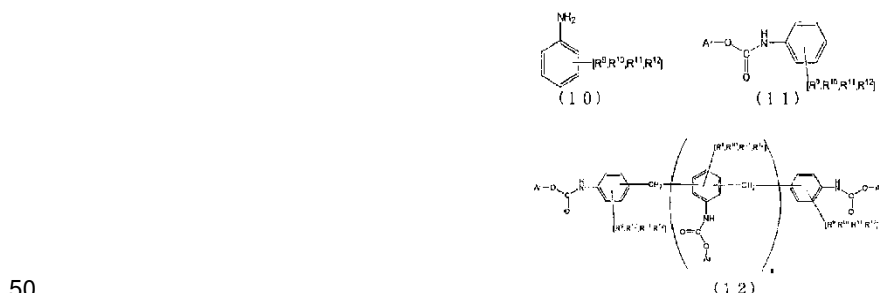
R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup> pueden formar una estructura de anillo mediante la unión con A:

- 15 (i) un átomo de hidrógeno,  
 (ii) un átomo de halógeno,  
 (iii) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno terciario, es decir, un átomo de nitrógeno que no tiene un átomo de hidrógeno  
 20 (iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición α un átomo de carbono terciario o cuaternario, a saber, un átomo de carbono que forma un enlace -CH- o un átomo de carbono no unido a hidrógeno; cuando R<sup>7</sup> y/o R<sup>8</sup> forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono  
 25 primario o secundario (es decir, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace -CH<sub>2</sub>-); cuando el carbono en la posición α forma un doble enlace con un átomo en posición β, el carbono en posición α es carbono cuaternario; y los grupos en los que el carbono en posición α forma un enlace triple con un átomo en posición β están excluidos, y  
 30 (v) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo.

21. Procedimiento de producción, según cualquiera de las reivindicaciones 18, 19 ó 20, en el que un punto de ebullición estándar del compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (7), la fórmula (8) o la fórmula (9) difiere en 10°C o más desde el punto de ebullición estándar de un isocianato en el que todos los grupos amino de la amina orgánica están N-sustituídos con grupos isocianato (grupos -NCO).

22. Procedimiento de producción, según la reivindicación 14 ó 16, en el que la amina orgánica es una monoamina orgánica representada por la fórmula (10) siguiente, se obtiene el mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído representado por la fórmula (14) siguiente y se utiliza el mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído para obtener el poli(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído representado por la fórmula (12) siguiente mediante la realización de la siguiente etapa (X):

etapa (X): el mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído y un agente de metilación se hacen reaccionar para reticular los grupos aromáticos derivados de la monoamina orgánica contenida en el mono(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído con grupos metileno (-CH<sub>2</sub>-) con el fin de obtener el poli(éster de -O-Ar) del ácido carbámico N-sustituído representado por la fórmula (12) siguiente:



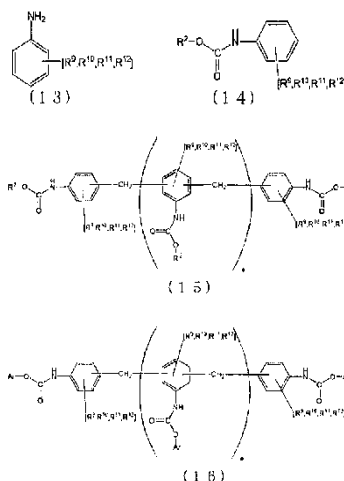
50 en la que:

Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha

eliminado un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto hidroxilado aromático,  $R^9$  a  $R^{12}$  pueden sustituir, respectiva e independientemente, el anillo aromático,  $R^9$  a  $R^{12}$  pueden unirse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático y representan un átomo de hidrógeno o un grupo compuesto por grupos en los que un grupo alquilo, grupo cicloalquilo, grupo arilo o grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está unido por enlaces hidrocarbonados saturados y/o enlaces éter, e representa 0 o un número entero positivo, y un número total de átomos de carbono que componen la monoamina orgánica representada por la fórmula (10) es un número entero de 6 a 50.

23. Procedimiento de producción, según la reivindicación 15, en el que la amina orgánica es una monoamina orgánica representada por la fórmula (13) siguiente, se obtiene el mono(éster de  $-O-R^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (14) siguiente y se utiliza el mono(éster de  $-O-R^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido para obtener el poli(éster de  $-O-Ar$ ) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (16) siguiente mediante la realización de las siguientes etapas (X) e (Y):

etapa (X): el mono(éster de  $-O-R^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido y un agente de metilación se hacen reaccionar para reticular los grupos aromáticos derivados de la monoamina orgánica contenida en el mono(éster de  $-O-R^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido con grupos metileno ( $-CH_2-$ ) con el fin de obtener el poli(éster de  $-O-R^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (15) siguiente; y etapa (Y): el poli(éster de  $-O-R^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido producido en la etapa (X) se hace reaccionar con un compuesto hidroxilado aromático para producir un (poli éster de  $-O-R^2$ ) del ácido carbámico N-sustituido que tienen grupos éster derivados del compuesto hidroxilado aromático representado por la fórmula (16) siguiente:

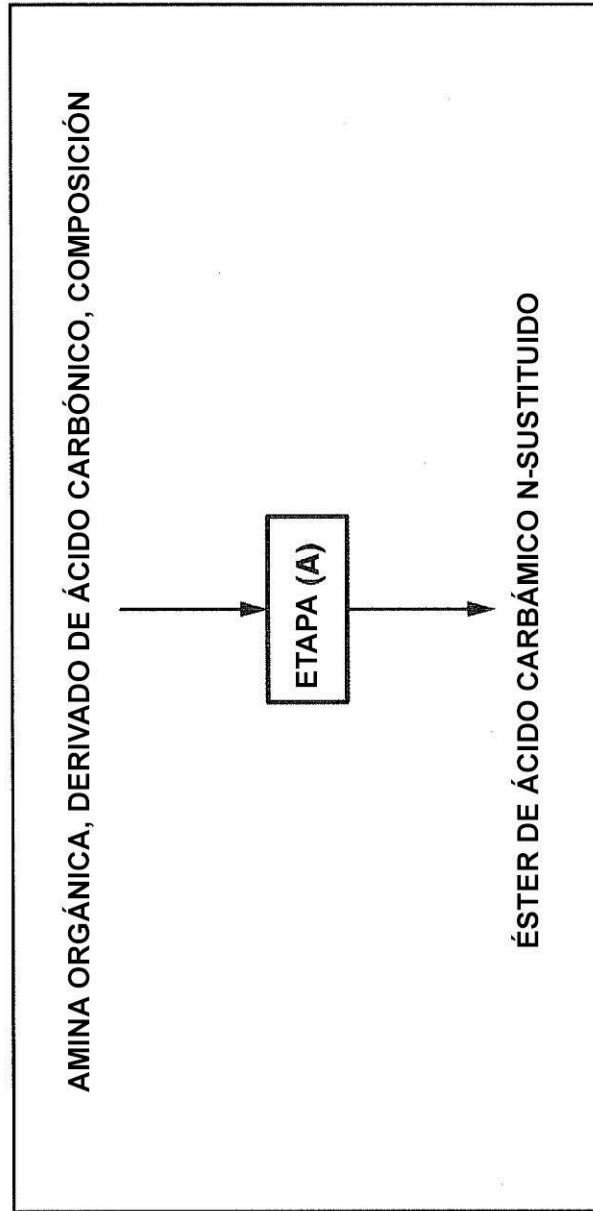


en la que:

$R^9$  a  $R^{12}$  pueden sustituir, respectiva e independientemente, el anillo aromático,  $R^9$  a  $R^{12}$  pueden unirse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático y representan átomos de hidrógeno o grupos compuestos por grupos en los que un grupo alquilo, grupo cicloalquilo, grupo arilo o grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está unido por enlaces hidrocarbonados saturados y/o enlaces éter,  $R^2$  representa un grupo derivado de un alcohol que es un residuo en el que se ha eliminado del alcohol un único grupo hidroxilo unido a un átomo de carbono saturado del alcohol,  $Ar$  representa un grupo derivado de un compuesto hidroxilado aromático que es un residuo en el que se ha eliminado del compuesto hidroxilado aromático un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático del compuesto hidroxilado aromático; e representa 0 o un número entero positivo, y un número total de átomos de carbono que componen la monoamina orgánica representada por la fórmula (13) es un número entero de 6 a 50.

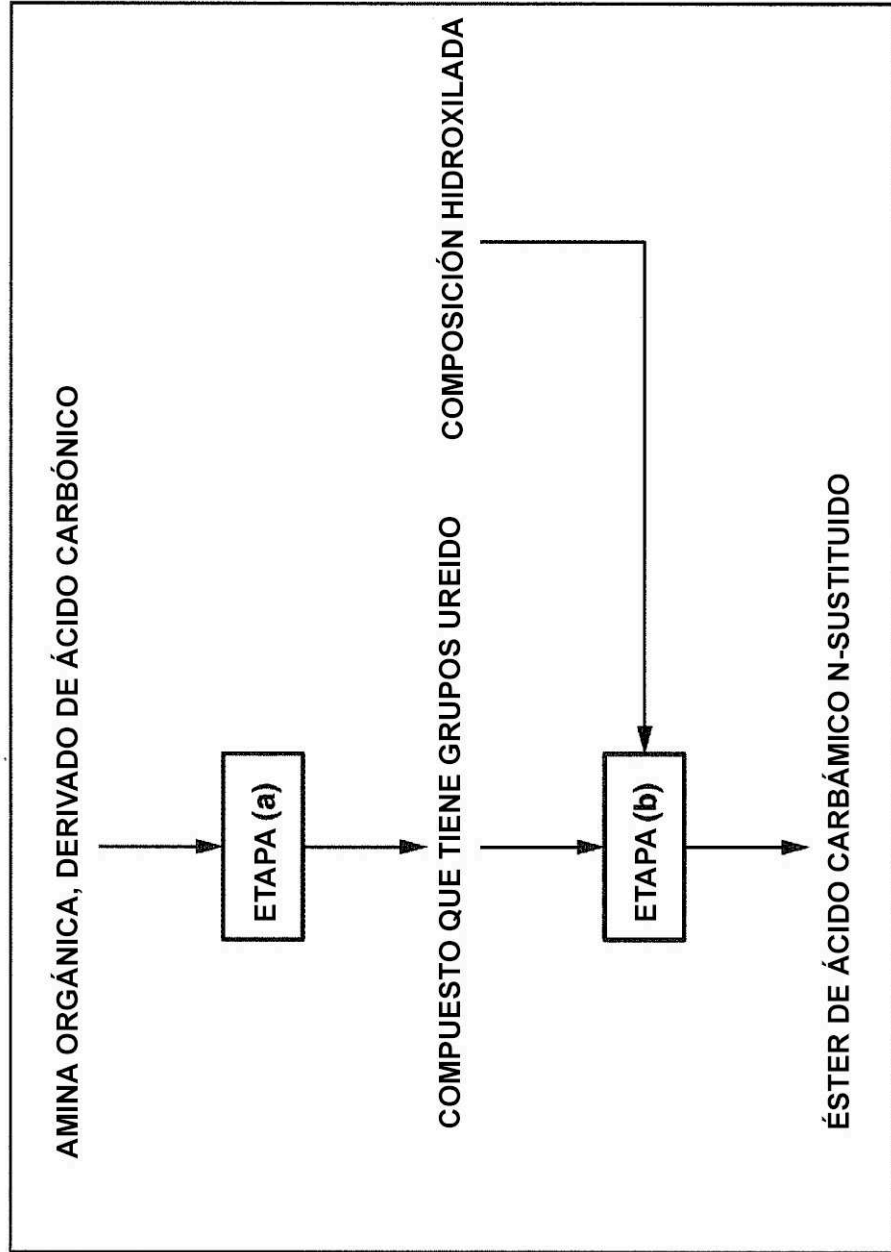
24. Procedimiento de producción, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 9, en el que el amoníaco recuperado en forma de un gas se hace reaccionar con dióxido de carbono para producir urea y la urea se reutiliza.

**FIG.1**





**FIG.2**



**FIG.3**

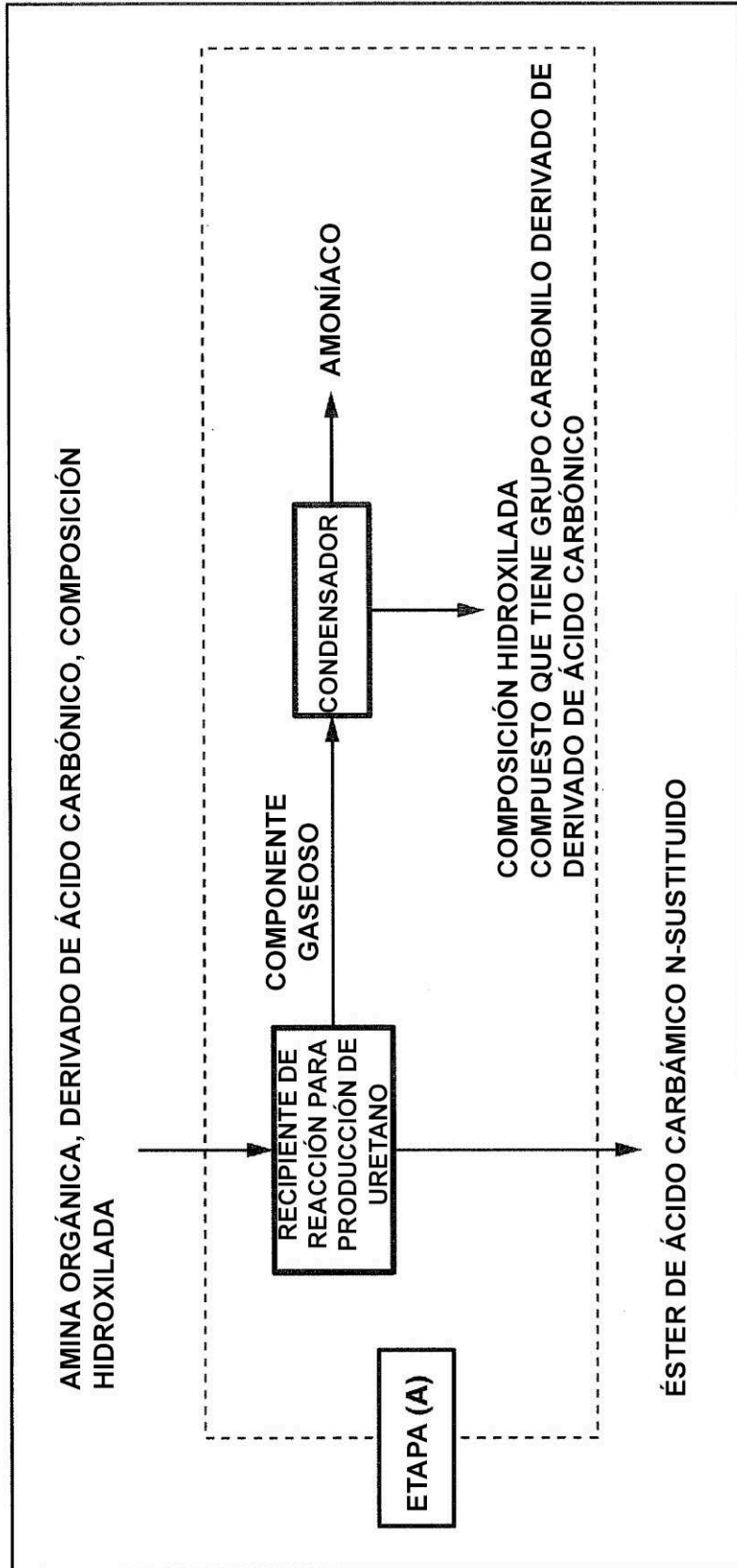


FIG.4

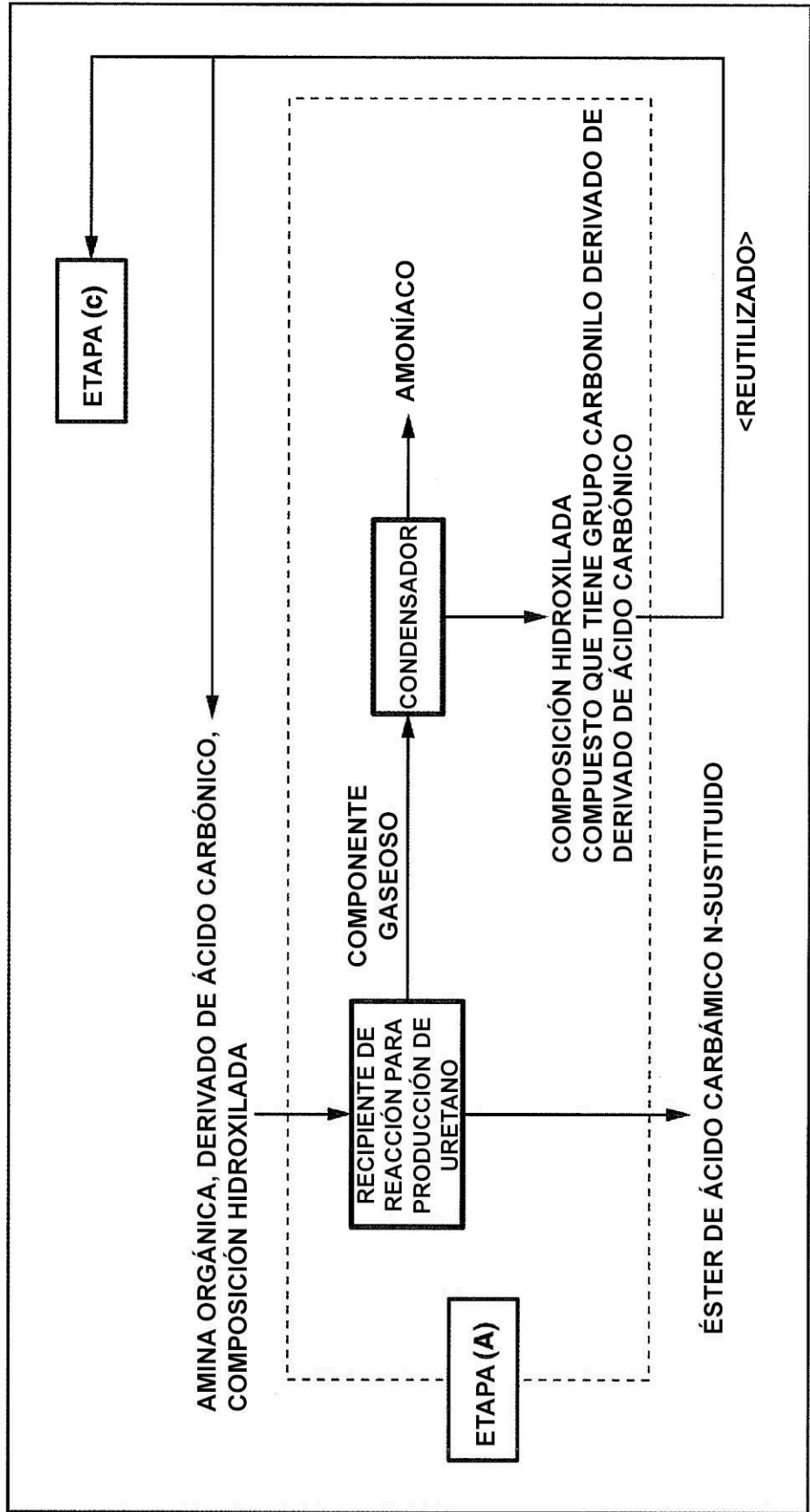
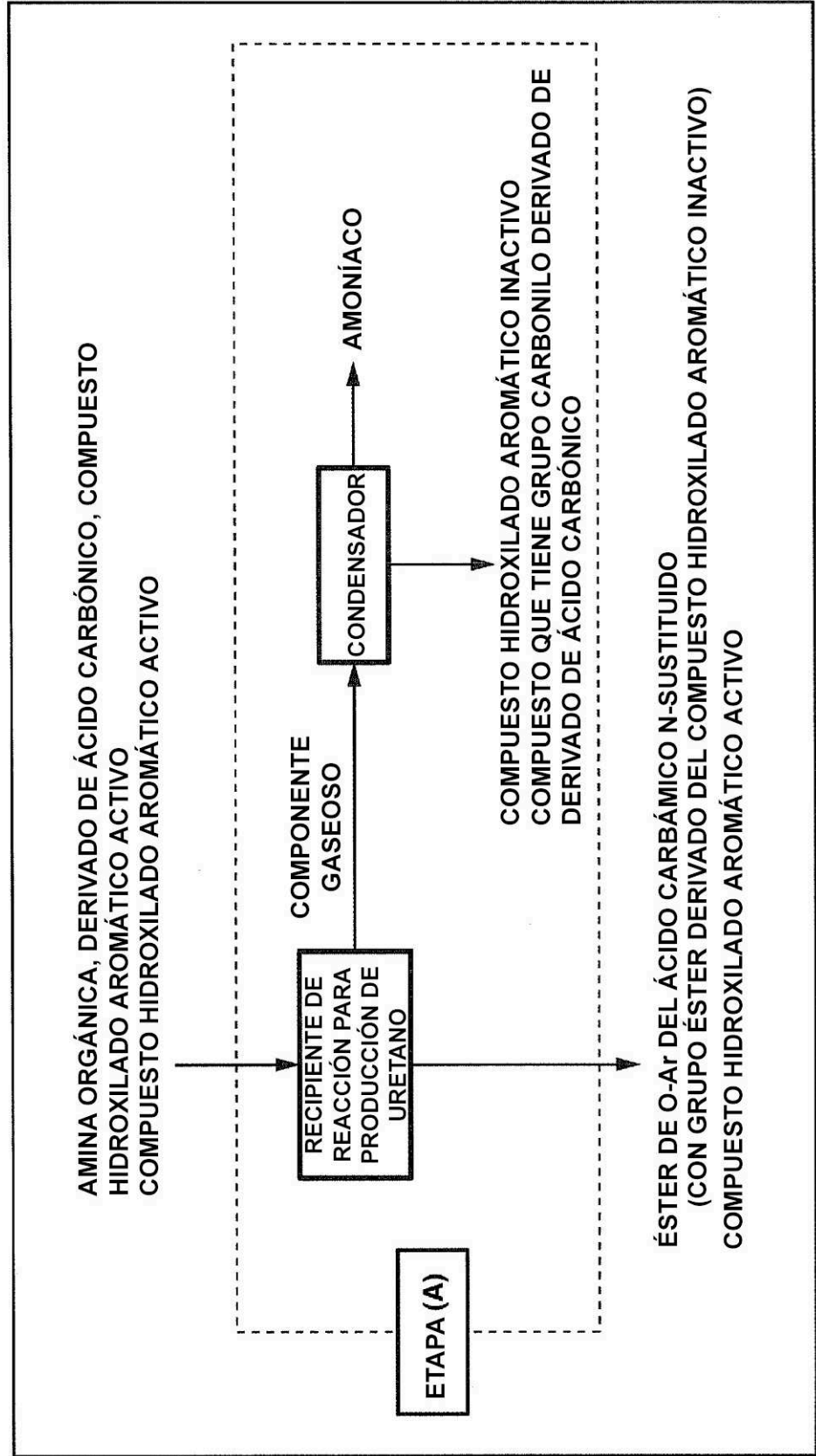
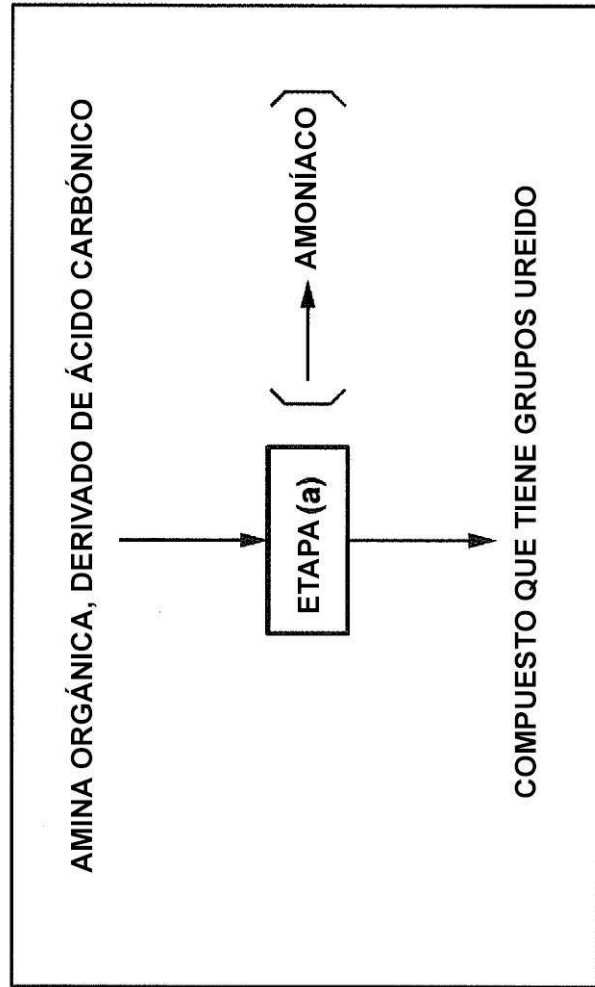


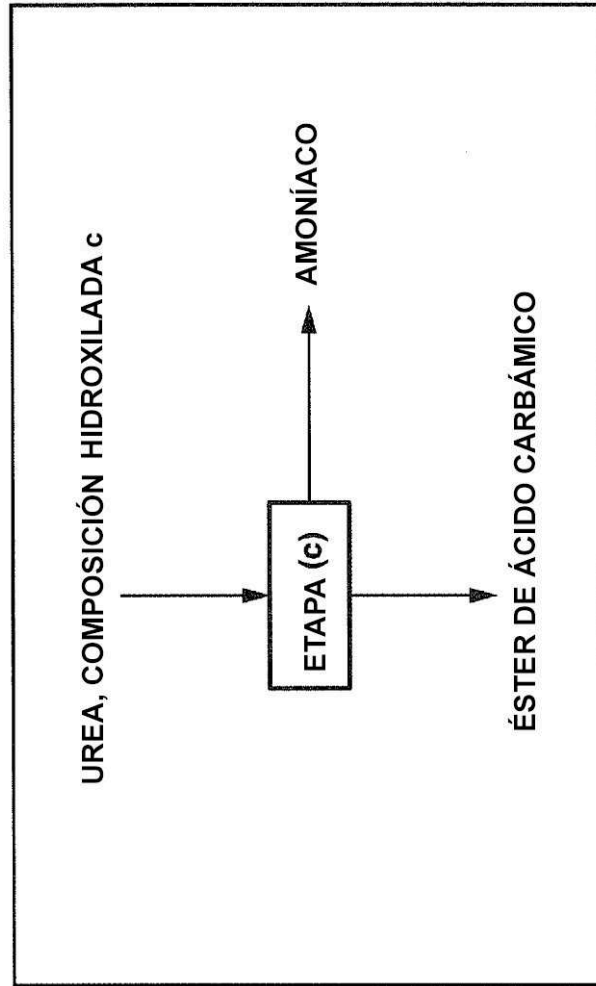
FIG.5



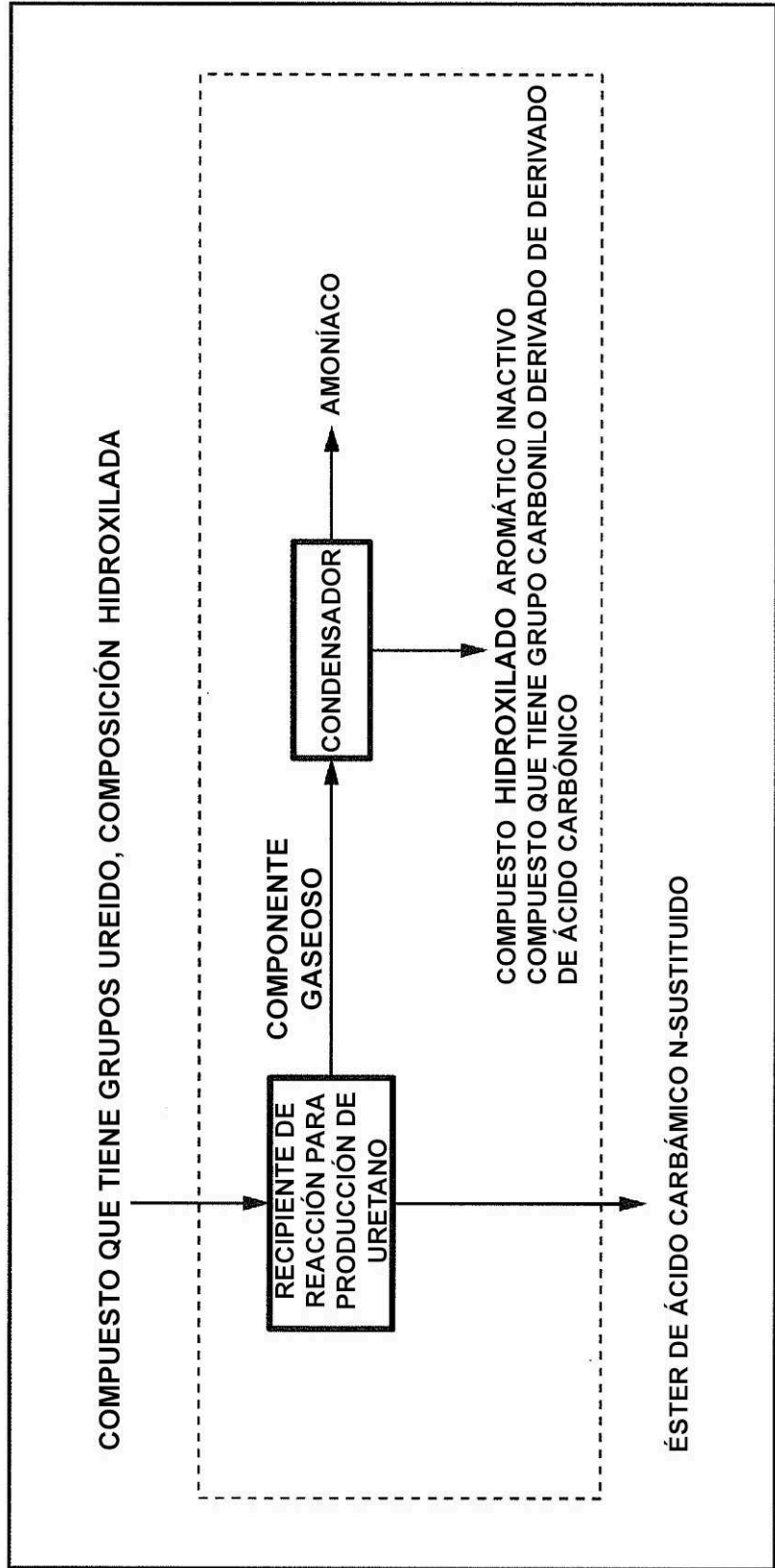
**FIG.6**



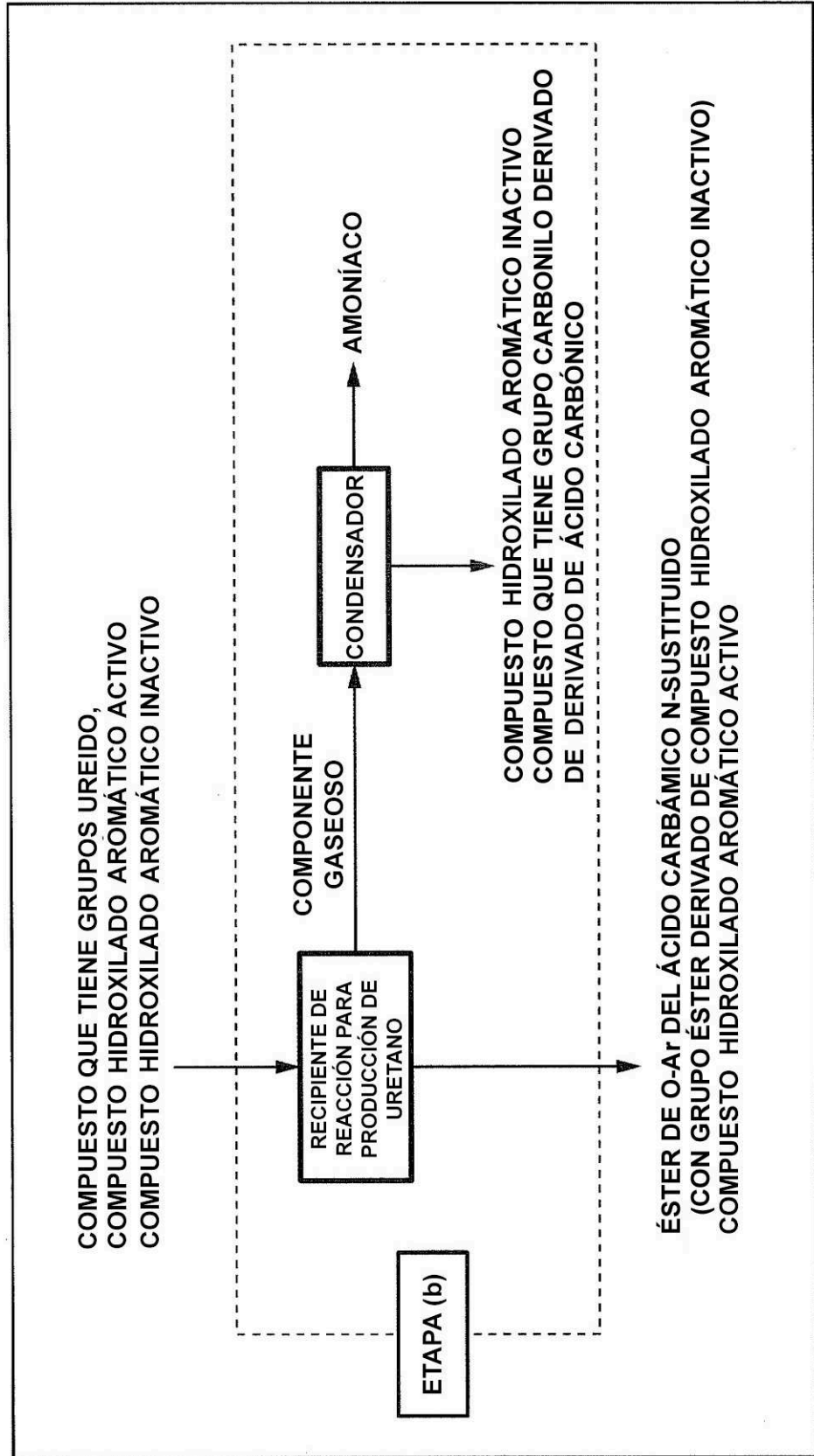
**FIG.7**



**FIG.8**

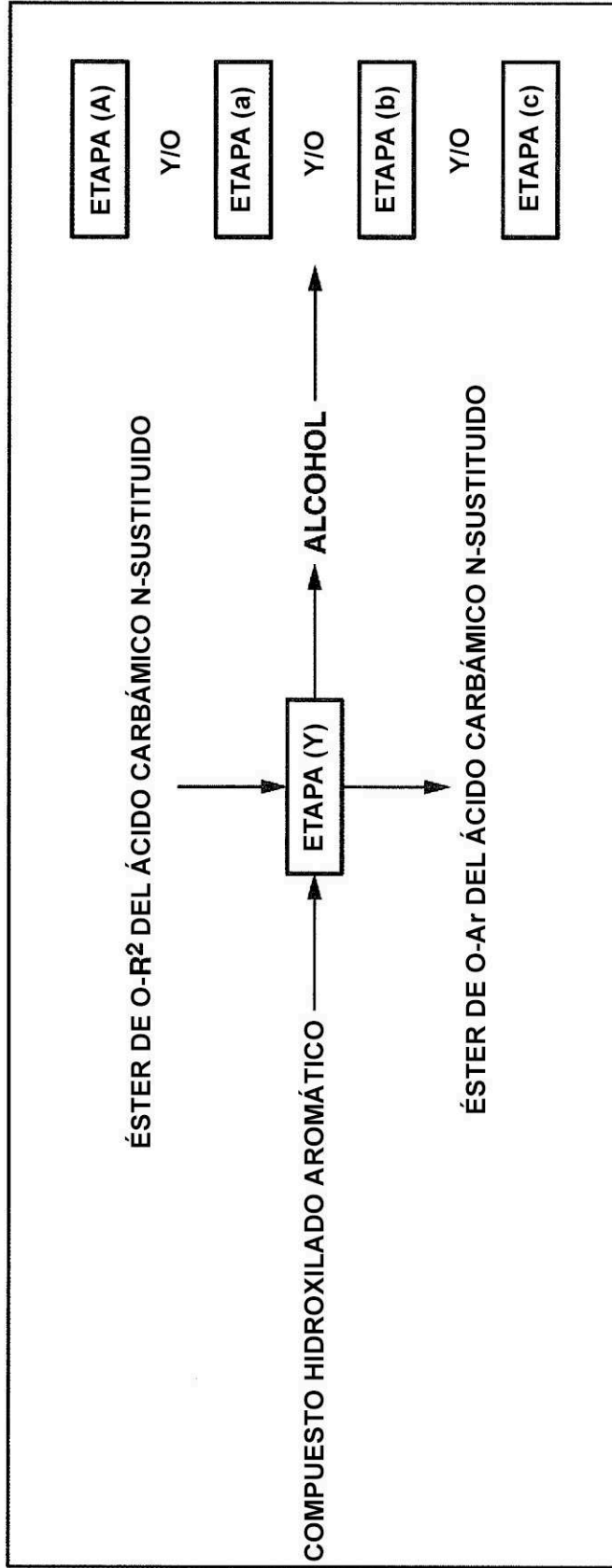


**FIG.9**

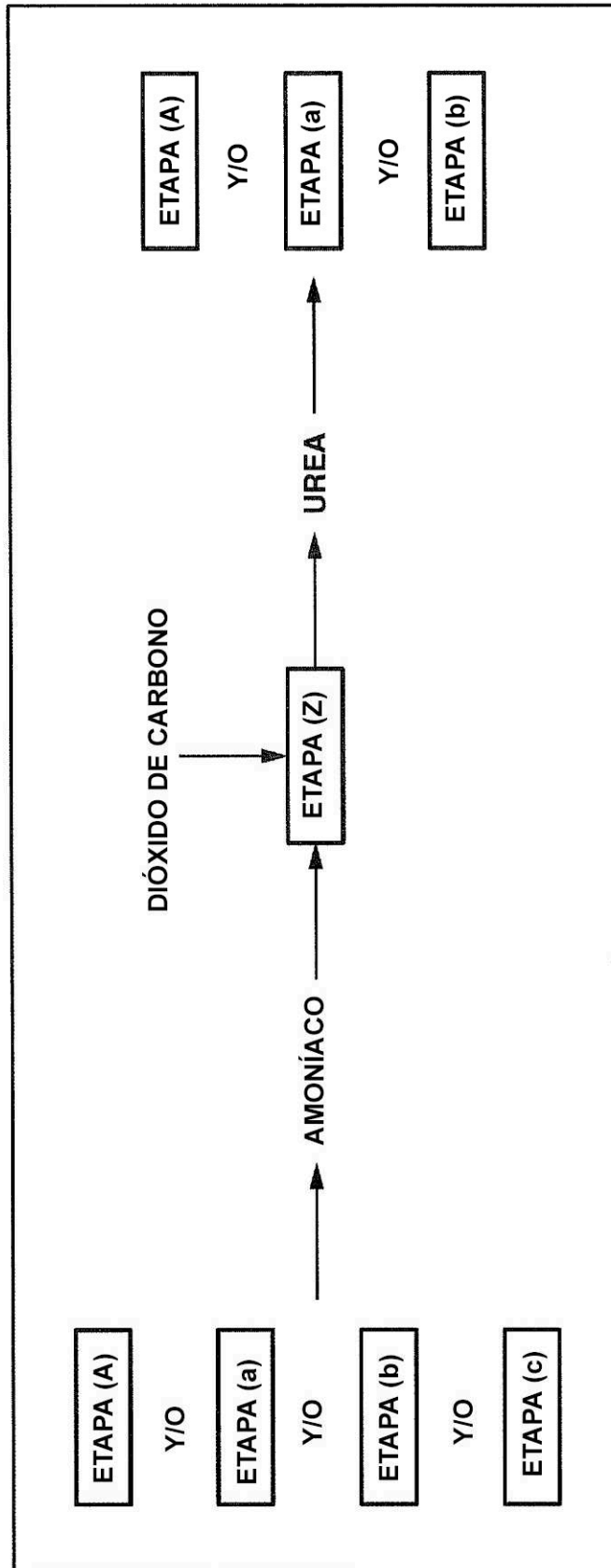




**FIG.10**



**FIG.11**



**FIG.12**

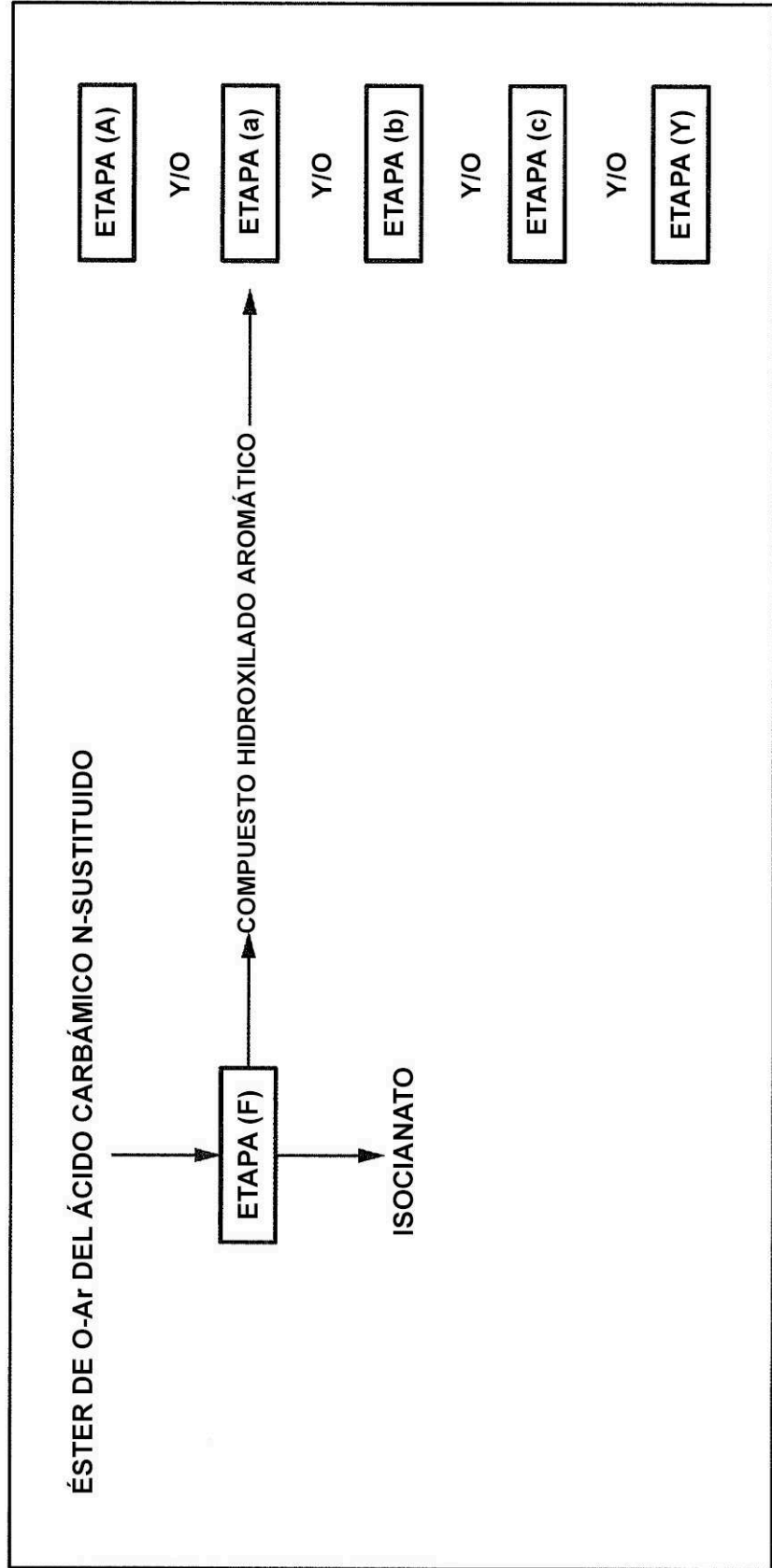
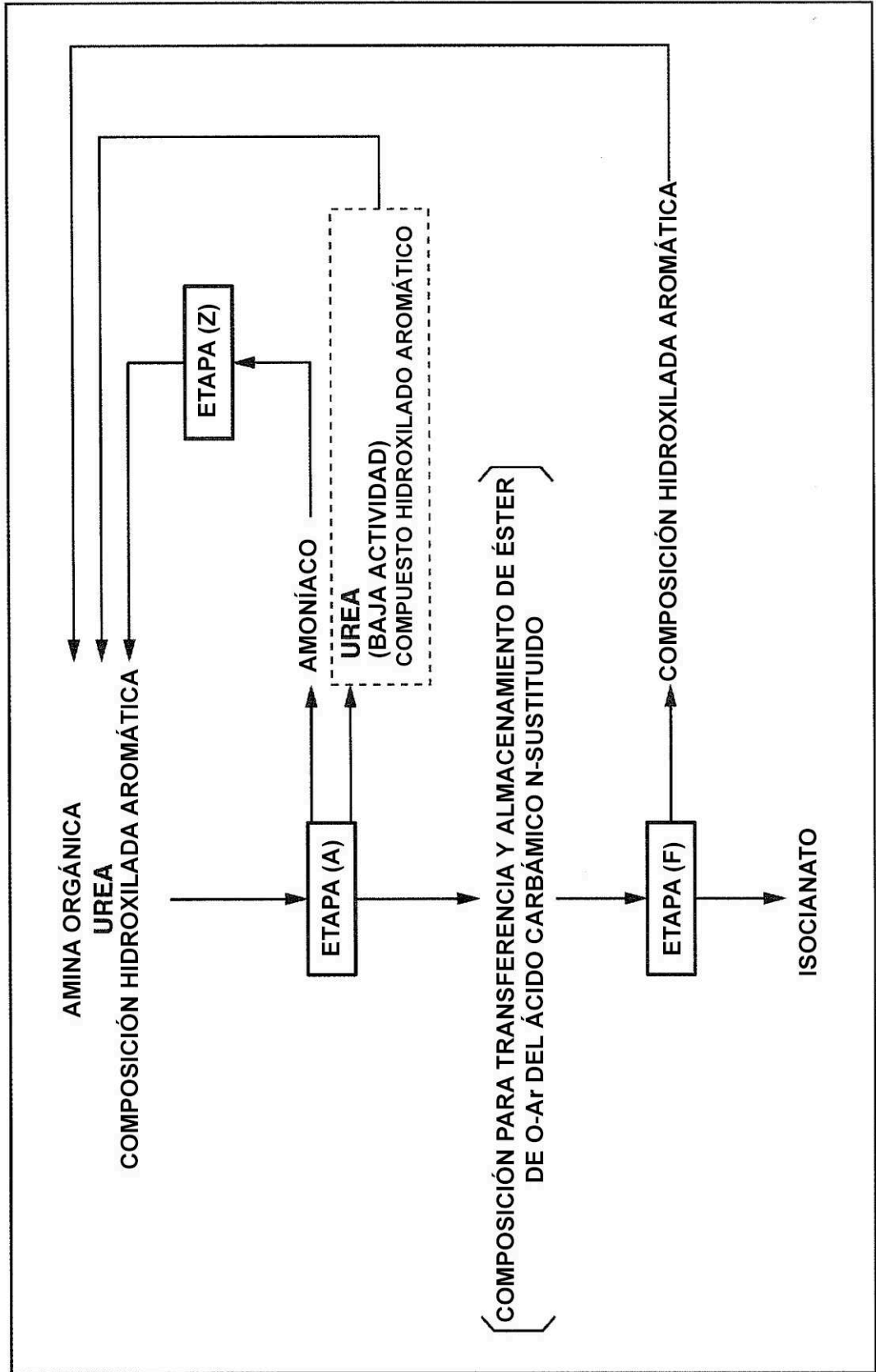


FIG.13



**FIG.14**

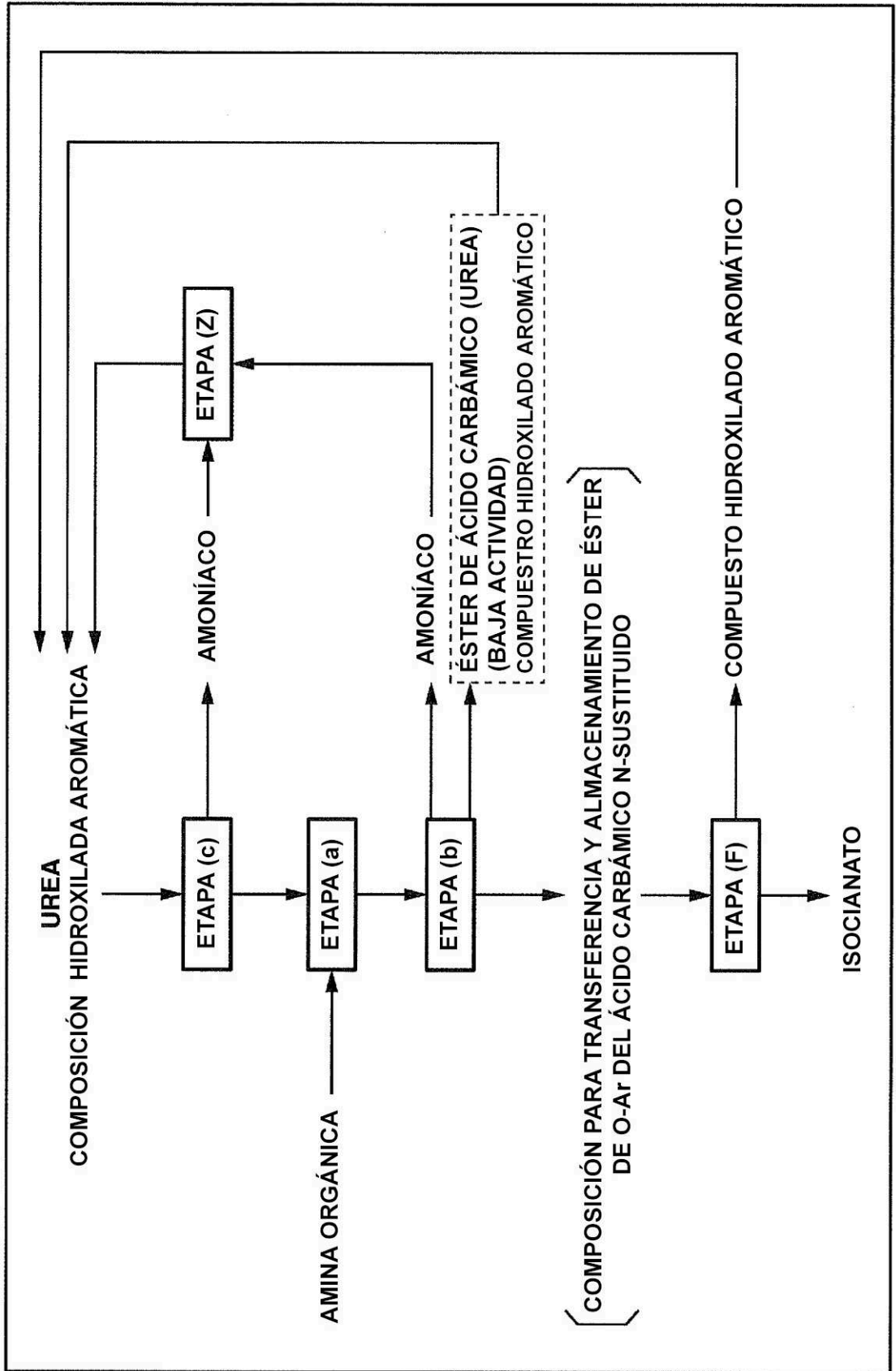
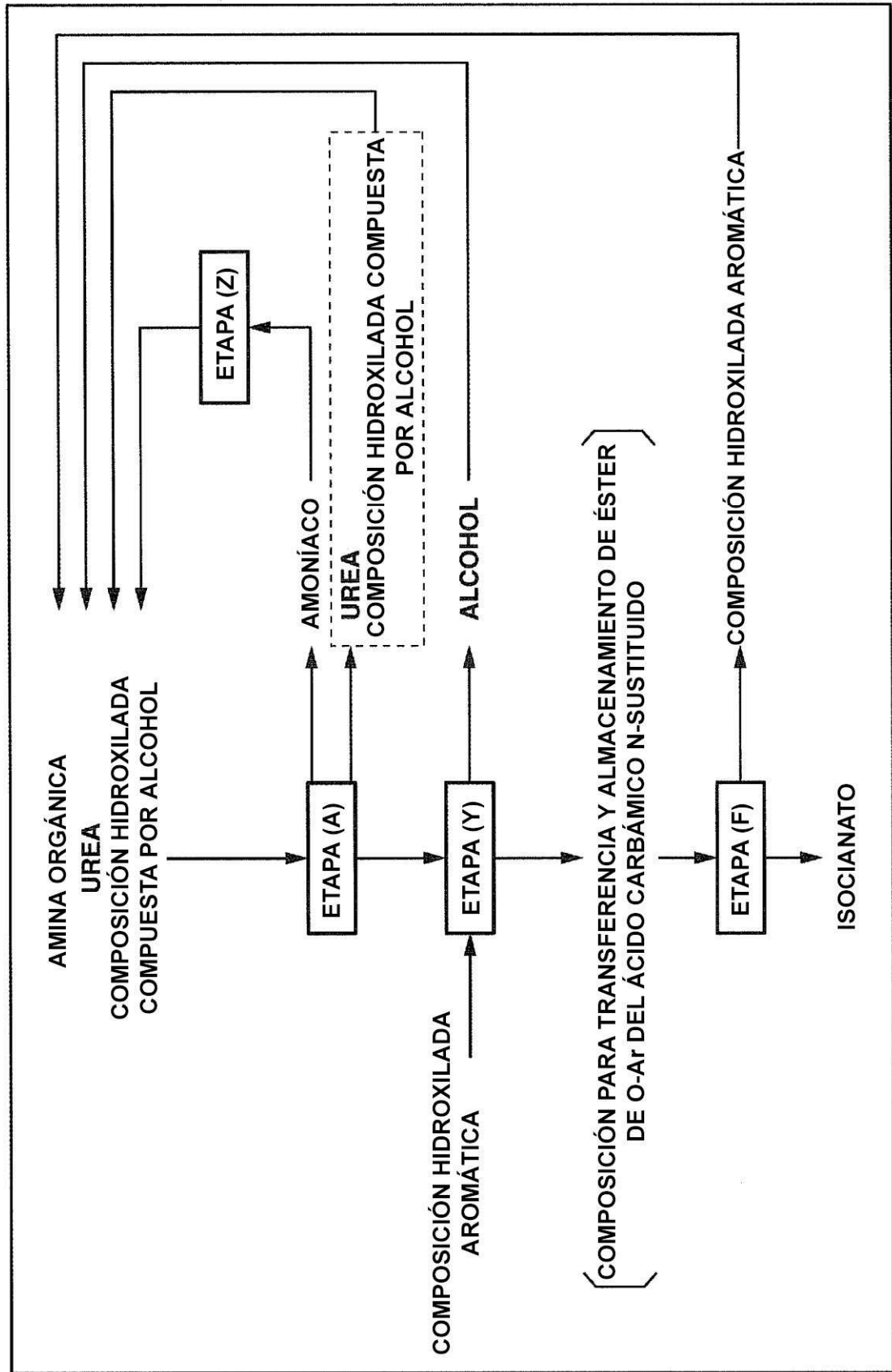
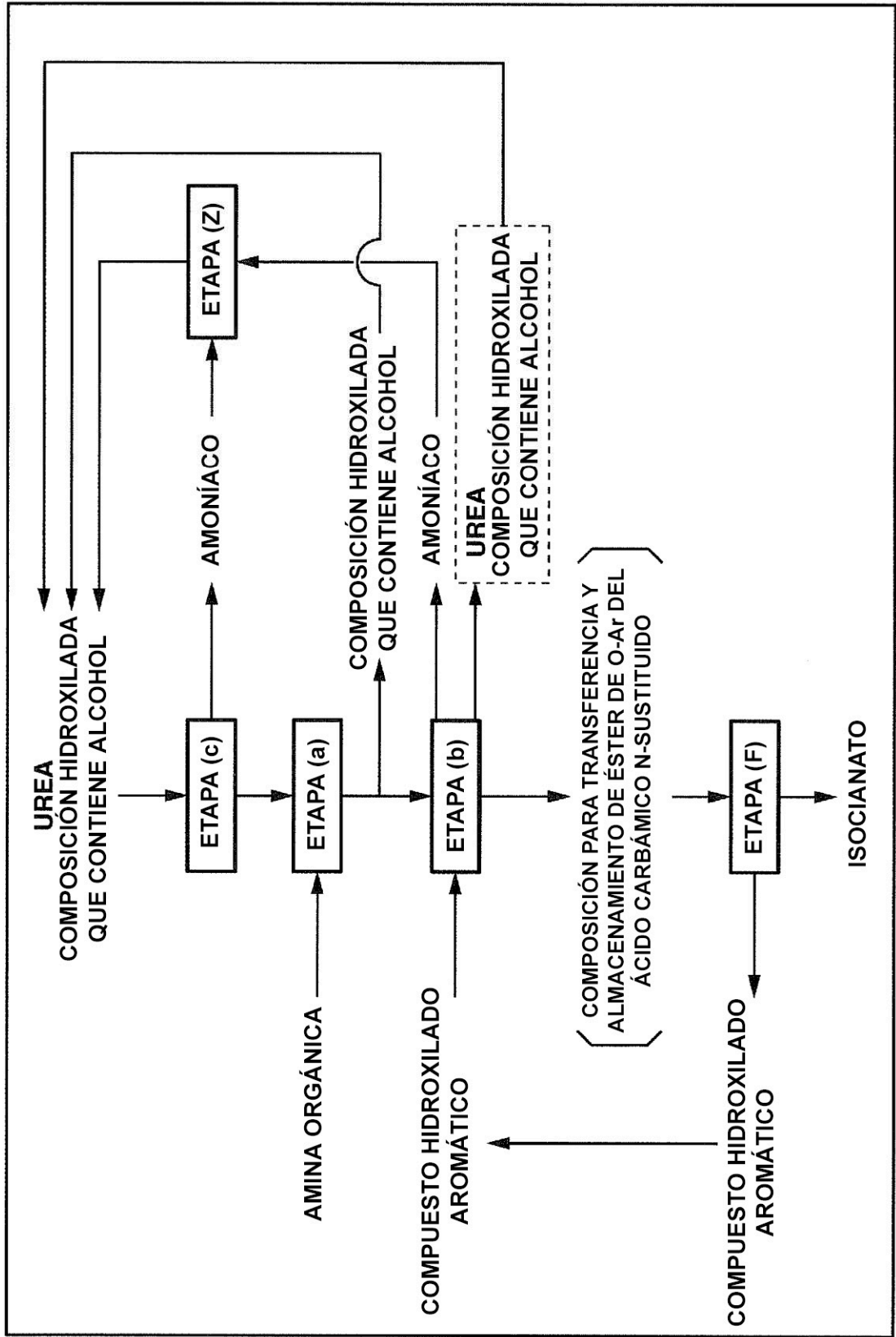


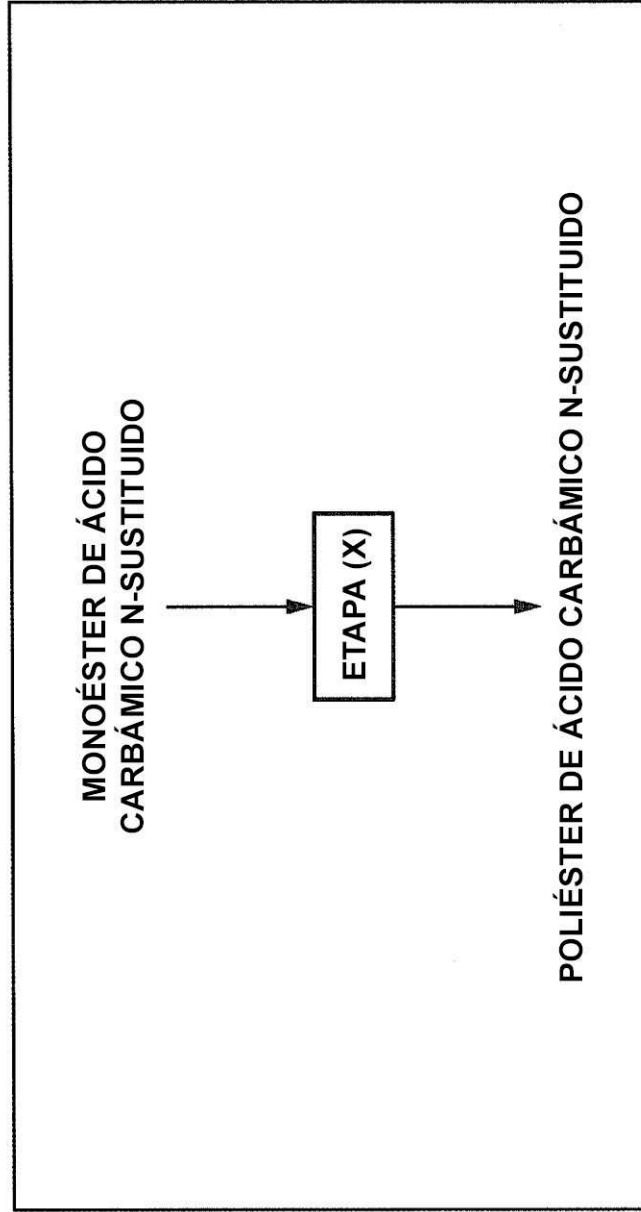
FIG.15



**FIG.16**

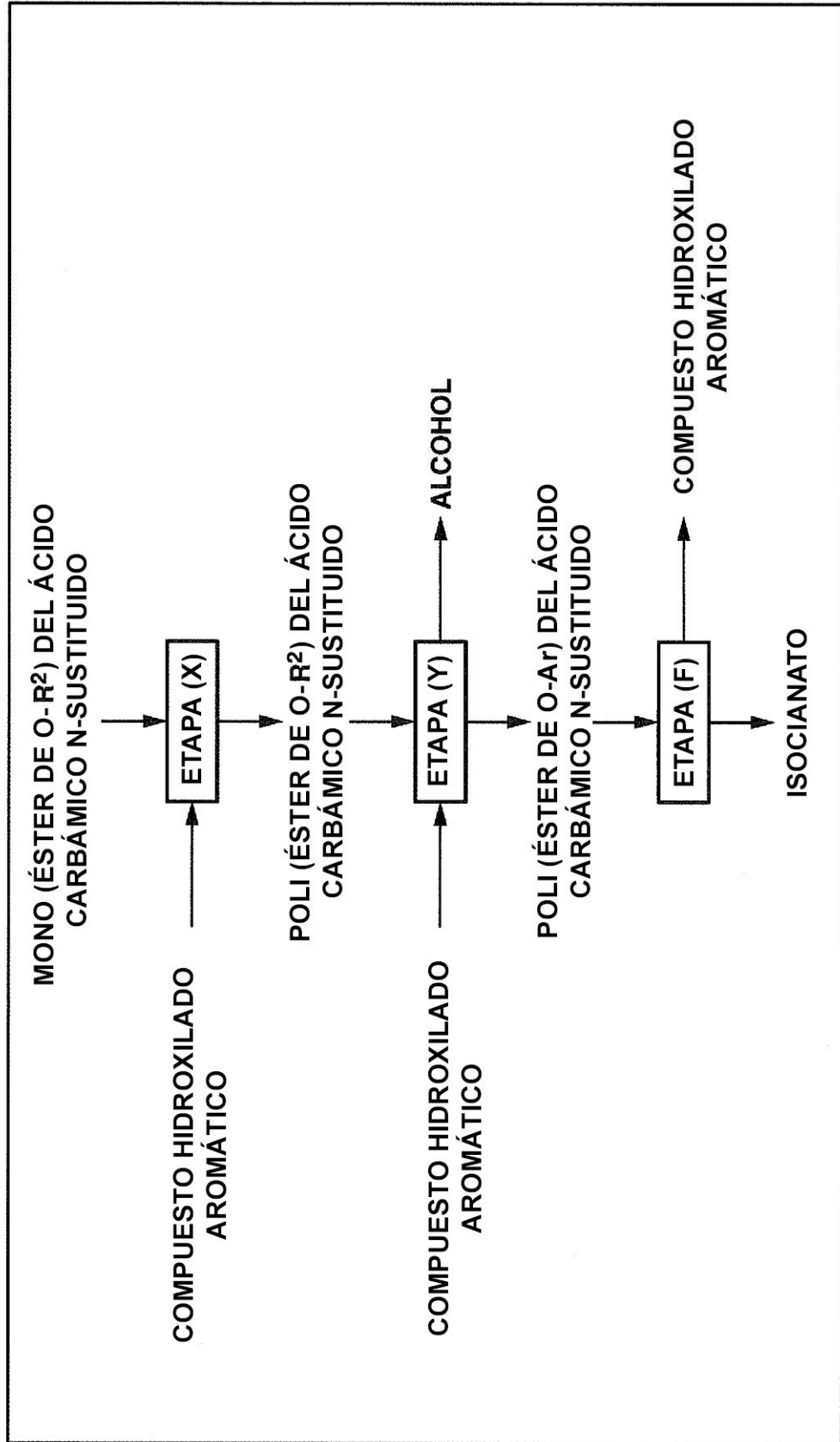


**FIG.17**

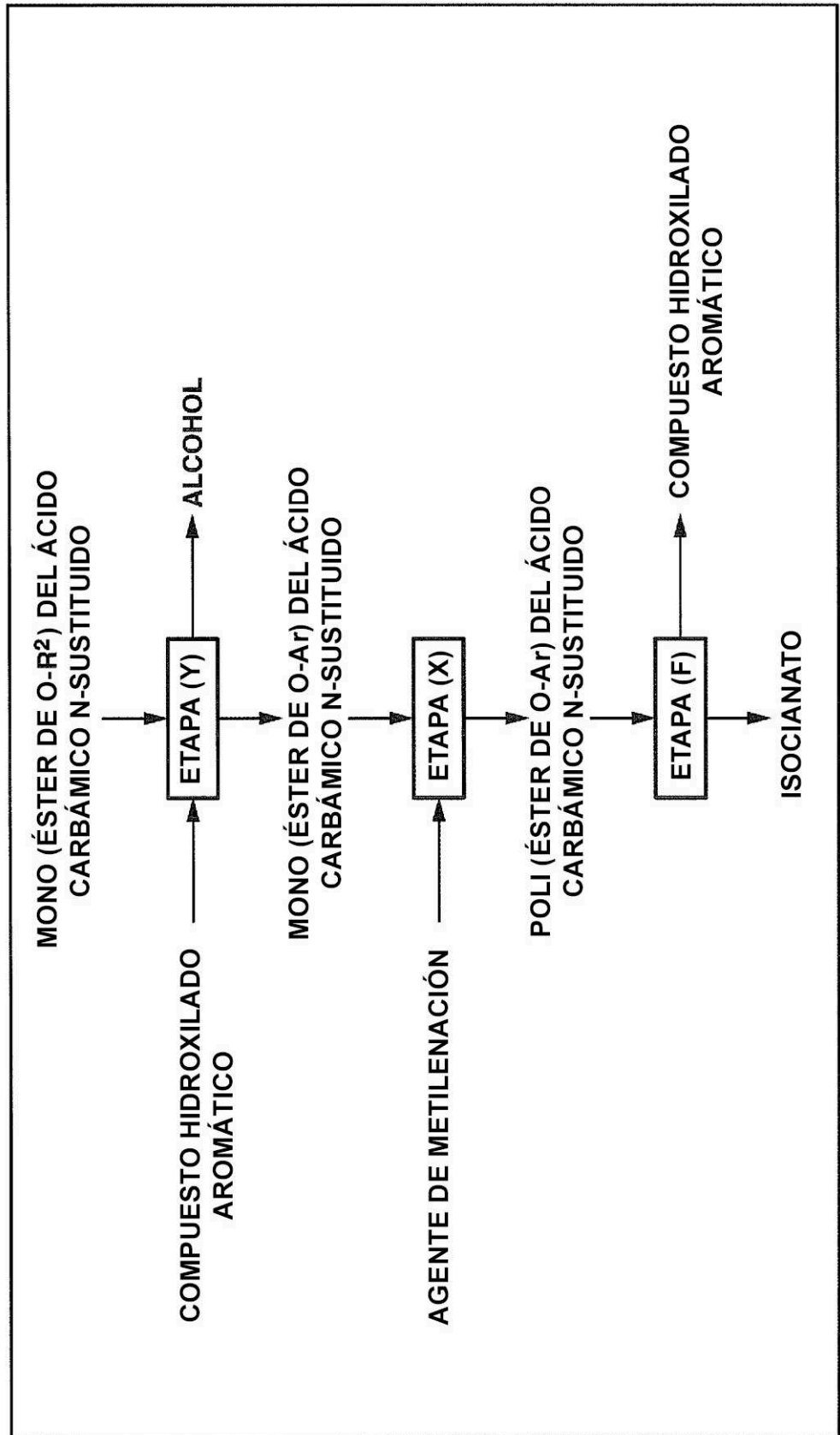




**FIG.18**



**FIG.19**



**FIG.20**

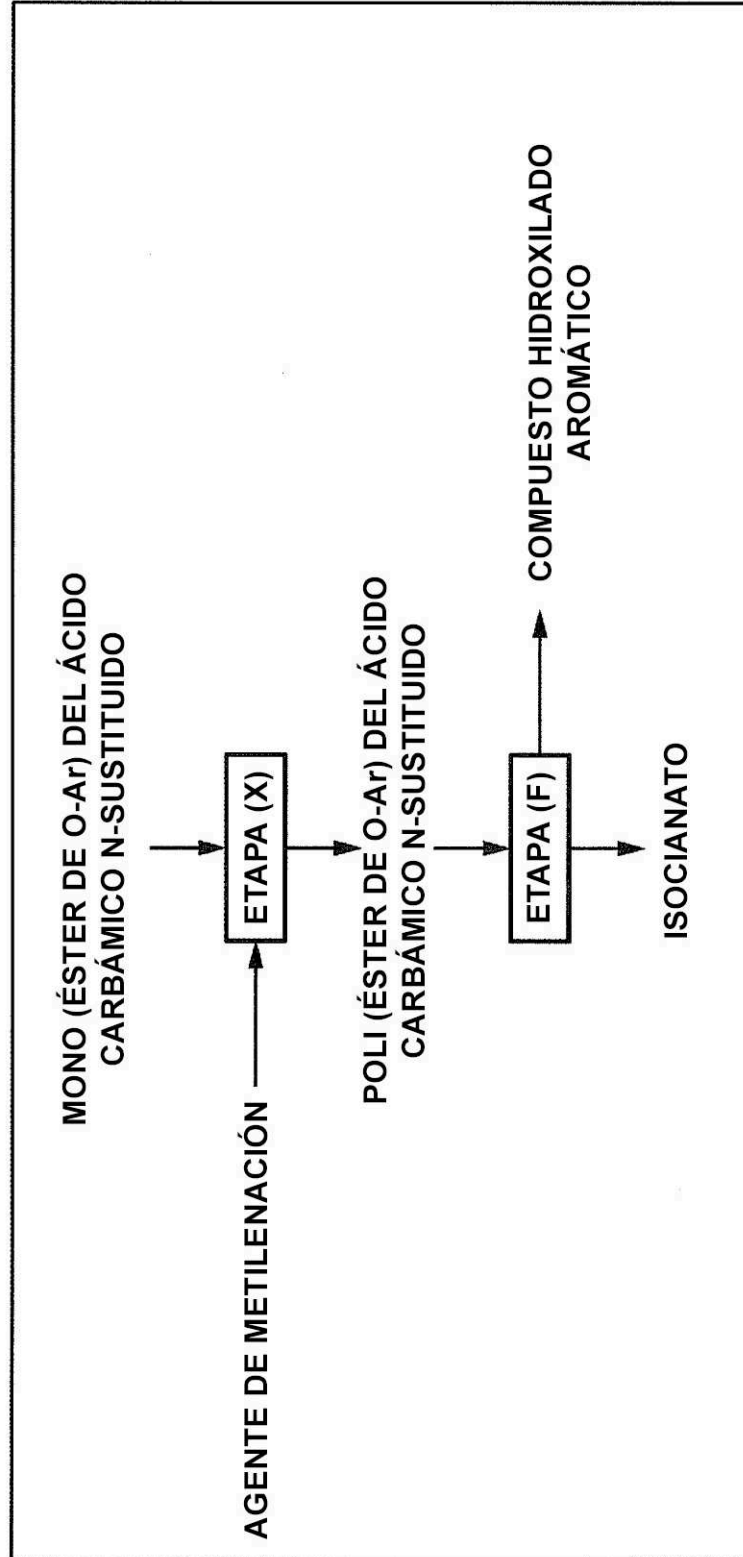


Fig. 21

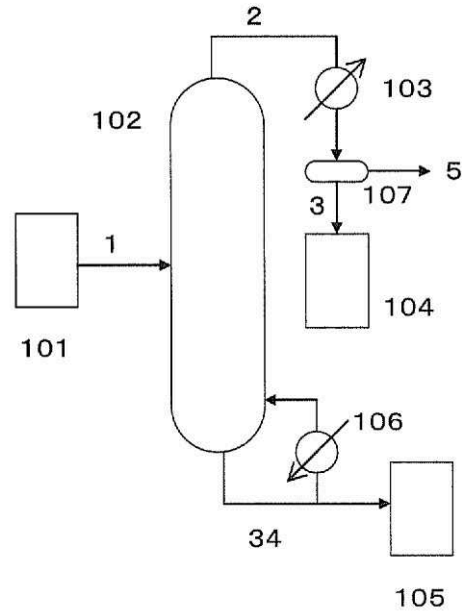


Fig. 22

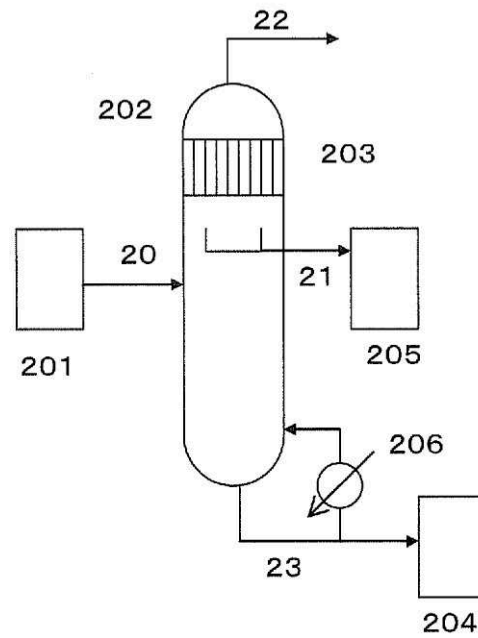


Fig. 23

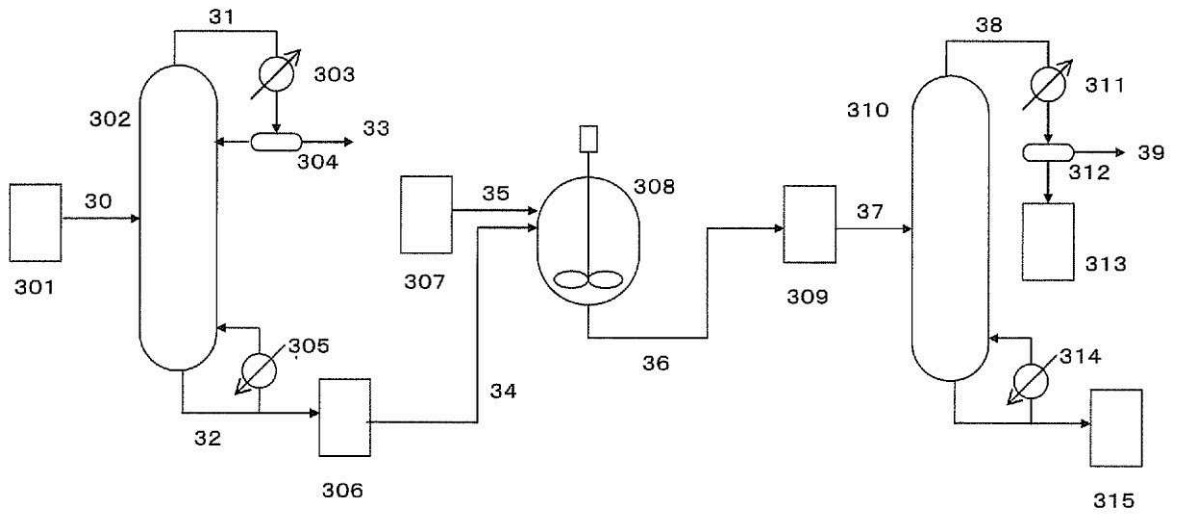


Fig. 24

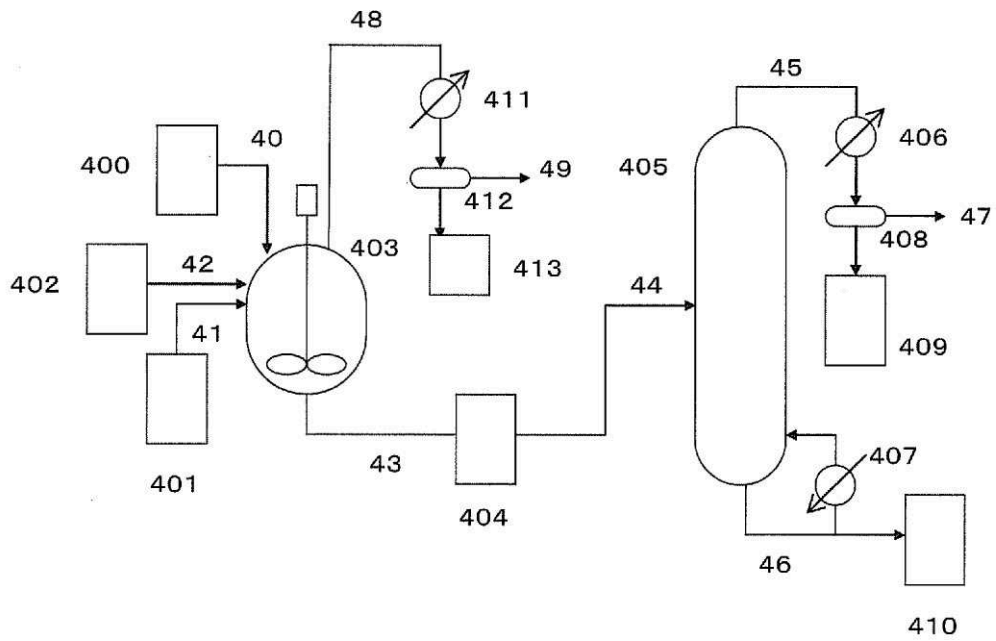


Fig. 25

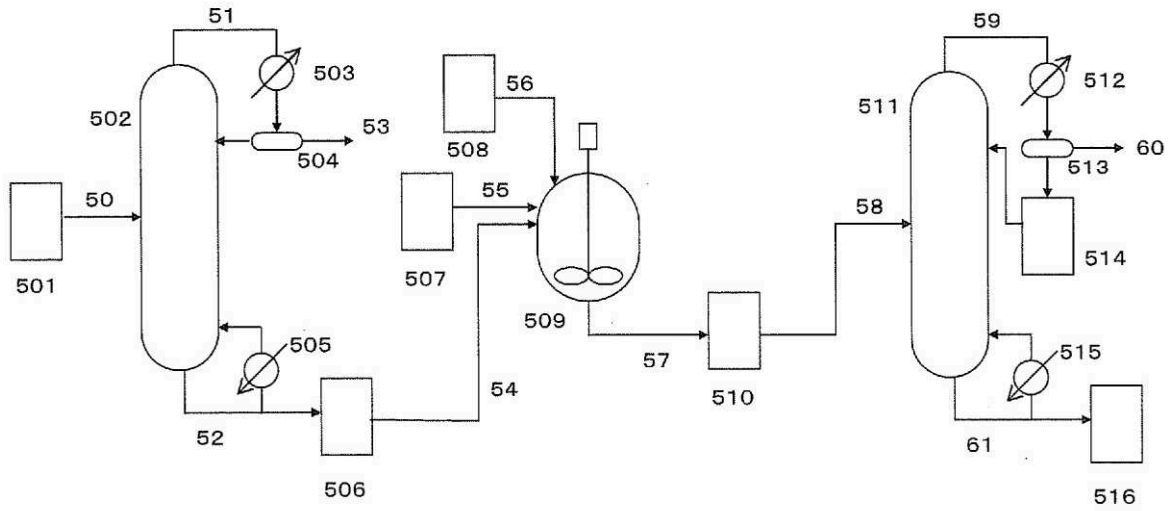


Fig. 26

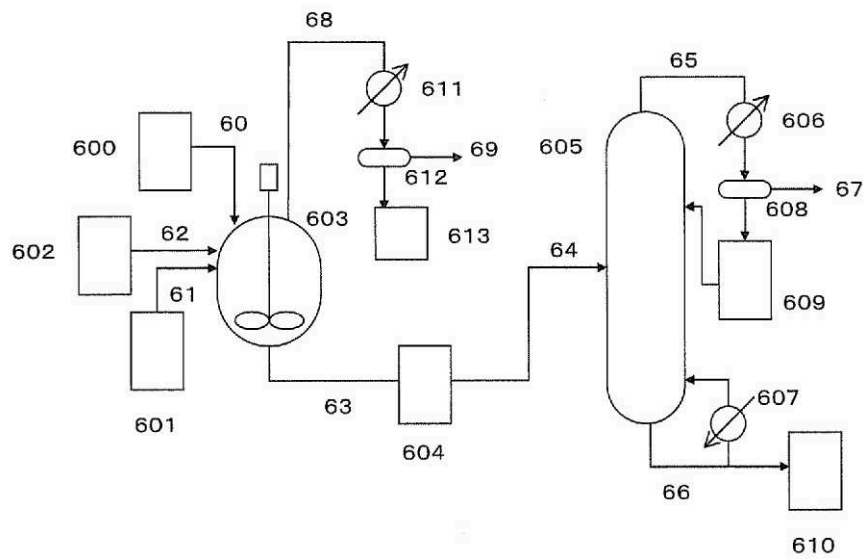


Fig. 27

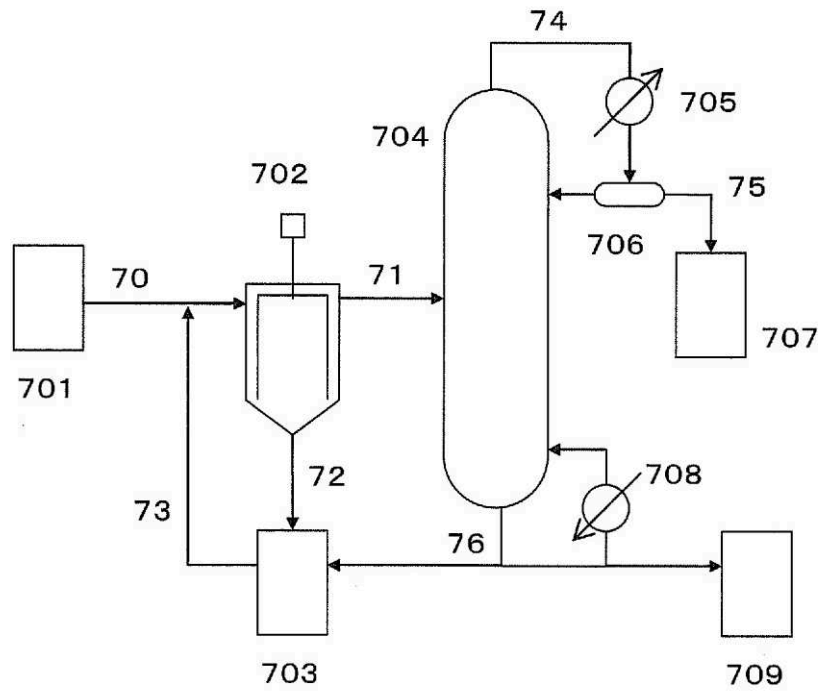


Fig. 28

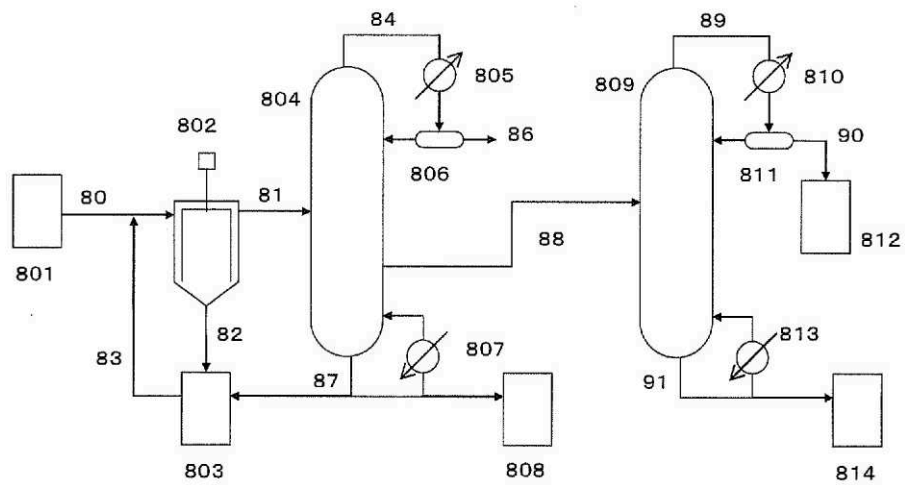


Fig. 29

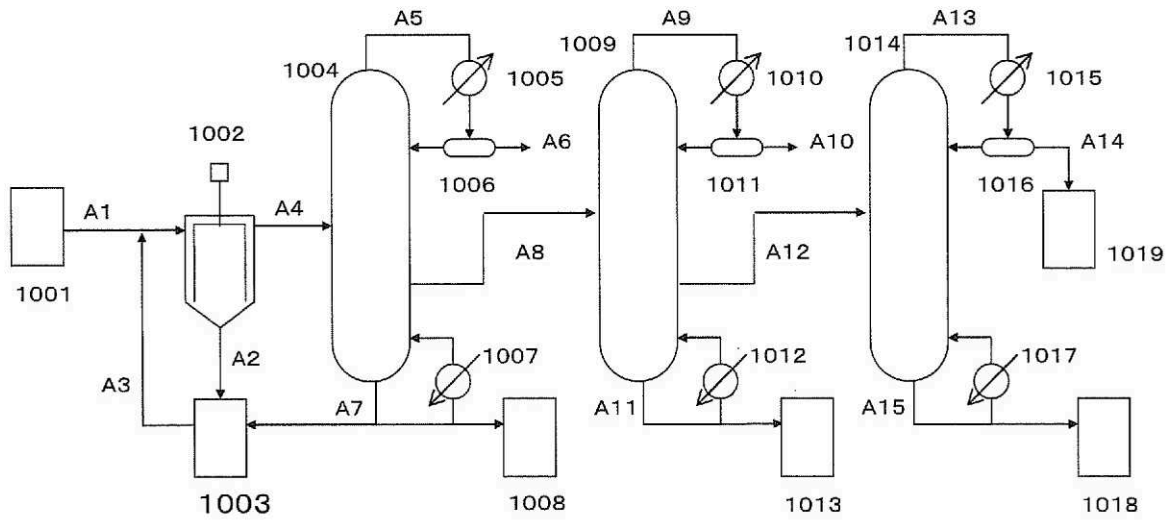


Fig. 30

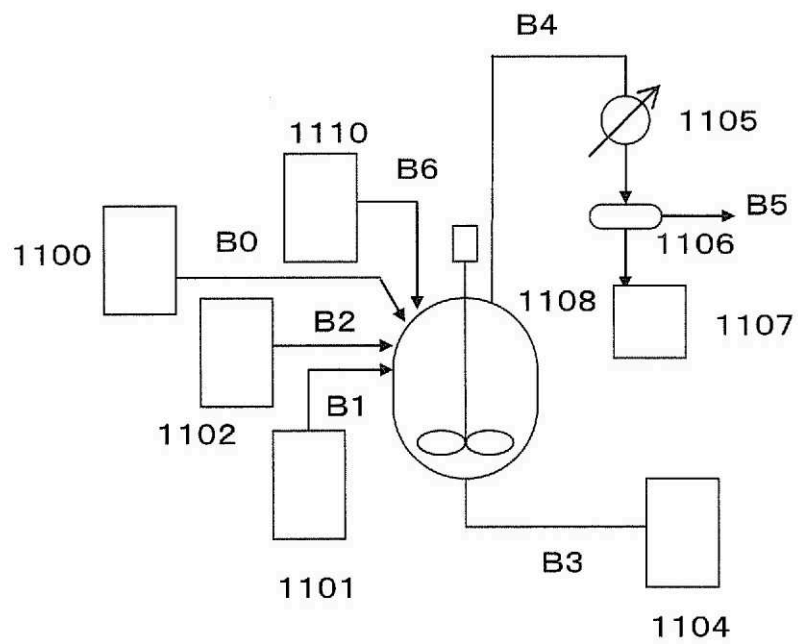




Fig. 31

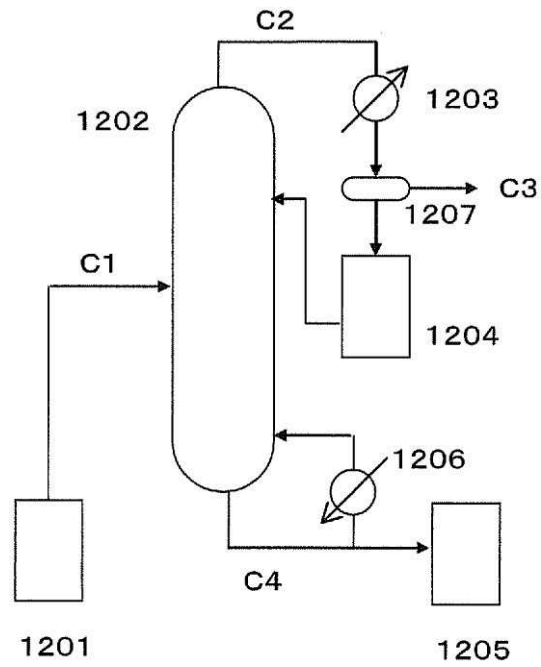


Fig. 32

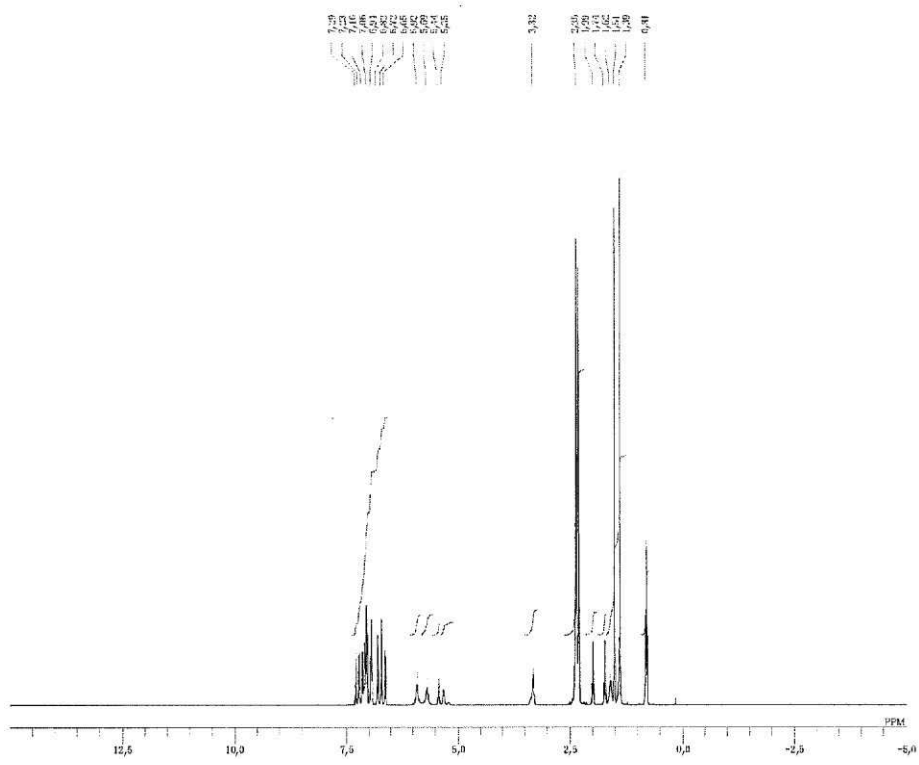


Fig. 33

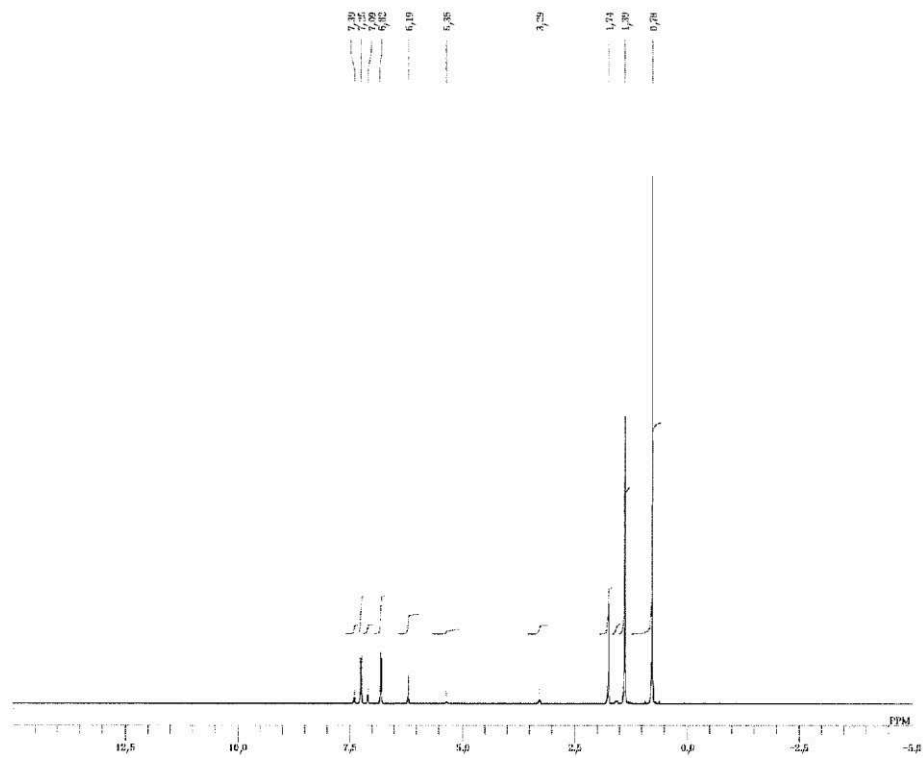


Fig. 34

