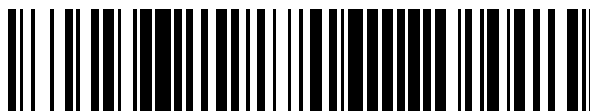


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 710 177**

51 Int. Cl.:

C07C 263/04 (2006.01)

C07C 263/18 (2006.01)

C07C 265/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.05.2008 PCT/JP2008/058952**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.11.2009 WO09139062**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.05.2008 E 08752810 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2018 EP 2275406**

54 Título: **Proceso para la producción de isocianato**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.04.2019

73 Titular/es:
ASAHI KASEI KABUSHIKI KAISHA (100.0%)
1-105 Kanda Jinbocho, Chiyoda-ku
Tokyo 101-8101, JP

72 Inventor/es:
SHINOHATA, MASAOKI y
MIYAKE, NOBUHISA

74 Agente/Representante:
ISERN JARA, Jorge

ES 2 710 177 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

Proceso para la producción de isocianato

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un proceso de producción de isocianato.

Técnica antecedente

10 Los isocianatos se usan ampliamente como materias primas de productos, tales como espuma de poliuretano, pinturas, adhesivos. El proceso de producción industrial principal de isocianatos implica hacer reaccionar compuestos de amina con fosgeno (método de fosgeno) y casi toda la cantidad total de isocianatos producidos en todo el mundo se produce de acuerdo con el método de fosgeno. Sin embargo, el método de fosgeno tiene numerosos problemas.

15 En primer lugar, este método requiere el uso de una gran cantidad de fosgeno como materia prima. El fosgeno es extremadamente tóxico y requiere precauciones de manipulación especiales para prevenir la exposición de los manipuladores al mismo y también requiere aparatos especiales para desintoxicar los desechos.

20 En segundo lugar, puesto que se produce cloruro de hidrógeno altamente corrosivo en grandes cantidades como subproducto del método de fosgeno, además de requerir un proceso para desintoxicar el cloruro de hidrógeno, en muchos casos, el cloro hidrolítico está contenido en los isocianatos producidos. En consecuencia, en el caso de usar los isocianatos producidos mediante el método de fosgeno, los isocianatos pueden tener un efecto perjudicial sobre la resistencia al clima y la resistencia al calor de los productos de poliuretano.

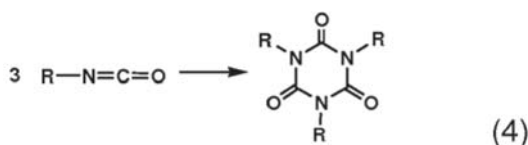
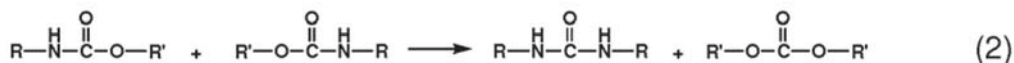
25 Sobre la base de estos antecedentes, se ha buscado un proceso para la producción de compuestos de isocianato que no use fosgeno. Un ejemplo de un método para la producción de compuestos de isocianato sin usar fosgeno que se ha propuesto implica la descomposición térmica de ésteres de ácido carbámico. Se ha sabido desde hace mucho tiempo que los isocianatos y los compuestos hidroxí se obtienen mediante descomposición térmica de los ésteres de ácido carbámico (véase, por ejemplo, el documento no de patente 1). La reacción básica se ilustra mediante la siguiente Fórmula:



35 (en la que R representa un residuo orgánico que tiene una valencia de a, R' representa un residuo orgánico monovalente y a representa un número entero de 1 o más).

40 Por otro lado, la descomposición térmica de los ésteres del ácido carbámico es susceptible a la aparición simultánea de diversas reacciones secundarias irreversibles, tales como las reacciones de desnaturalización térmica indeseables para los ésteres de ácido carbámico, o la condensación de los isocianatos formados mediante la descomposición térmica. Los ejemplos de estas reacciones secundarias pueden incluir una reacción en la que se forman enlaces de urea, tal como se representa mediante la siguiente Fórmula (2), una reacción en la que se forman carbodiimidias, tal como se representa mediante la siguiente Fórmula (3), y una reacción en la que se forman isocianuratos, tal como se representa mediante la siguiente Fórmula (4) (véanse los documentos no de patente 1 y 2).

45



50

Cabe destacar que, en las fórmulas anteriores, R y R' representan grupos, tales como grupos alquilo alifáticos o grupos alquilo aromáticos.

55 Además de estas reacciones secundarias que conducen a una disminución en el rendimiento y la selectividad del isocianato diana, en la producción de poliisocianatos en particular, estas reacciones pueden dificultar el funcionamiento a largo plazo como resultado de, por ejemplo, causar la precipitación de sólidos poliméricos que obstruyen el recipiente de reacción.

Hasta ahora se han propuesto diversos procesos para la producción de isocianatos sin usar fosgeno.

De acuerdo con la descripción del documento de patente 1, el diuretano alifático y/o diuretano alicíclico y/o el poliuretano alifático y/o poliuretano alicíclico se obtienen mediante la reacción de la diamina primaria alifática y/o diamina primaria alicíclica y/o la poliamina primaria alifática y/o poliamina primaria alicíclica en presencia de un carbamato de O-alquilo y alcohol, en presencia o ausencia de un catalizador a una temperatura de 160 a 300 °C, de tal manera que la relación de los grupos NH₂ amina respecto al carbamato respecto al alcohol sea de 1:0,8 a 10:0,25 a 50, y mediante la retirada del amoniaco formado, tal como sea necesario. El diuretano y/o poliuretano resultante se puede convertir en el correspondiente diisocianato y/o poliisocianato altamente funcional, tal como sea necesario. Los detalles de las condiciones de reacción de la descomposición térmica no se describen en el documento de patente aplicable.

De acuerdo con el documento de patente 2, los diisocianatos y/o poliisocianatos aromáticos se producen mediante su paso a través de las siguientes dos etapas. Más específicamente, en la primera etapa, una amina primaria aromática y/o poliamina primaria aromática se hacen reaccionar con un carbamato de O-alquilo en presencia o ausencia de un catalizador y en presencia o ausencia de urea y alcohol para formar un diuretano de arilo y/o poliuretano de arilo, seguido de la retirada del amoniaco formado, tal como sea necesario. En la segunda etapa, un isocianato aromático y/o poliisocianato aromático se obtienen mediante la descomposición térmica del diuretano de arilo y/o poliuretano de arilo.

Otras publicaciones contienen descripciones relacionadas con la sustitución parcial de urea y/o diamina con un compuesto que contiene carbonilo, tal como carbamato N-sustituido y/o carbonato de dialquilo, o con urea monosustituida, urea disustituida, poliurea monosustituida o poliurea disustituida (véanse el documento de patente 3, el documento de patente 4, el documento de patente 5, el documento de patente 6 y el documento de patente 7). El documento de patente 8 describe un proceso para la producción de uretano de O-arilo alifático mediante la reacción de poliaminas alifáticas (cíclicas) con urea y compuestos de hidroxil aromáticos.

Se conocen varios procesos para la formación del correspondiente isocianato y alcohol mediante la descomposición térmica de los monouretanos y diuretanos alifáticos (cíclicos) y particularmente aromáticos, cuyos ejemplos pueden incluir un proceso llevado a cabo a una temperatura alta en una fase gaseosa y un proceso llevado a cabo en condiciones de temperatura comparativamente baja en una fase líquida. En estos procesos, sin embargo, puesto que hay casos en los que, por ejemplo, la mezcla de reacción forma precipitados, sustancias poliméricas y compuestos encerrados en el recipiente de reacción y el aparato de recuperación debido a la aparición de reacciones secundarias, tal como se ha descrito previamente, o estas sustancias forman sustancias que se adhieren a las paredes del recipiente de reacción, la eficacia económica es insuficiente en el caso de producir isocianatos durante un largo período de tiempo.

Por tanto, los métodos químicos, tales como el uso de un catalizador especial (véase el documento de patente 9 y el documento de patente 10) o un catalizador combinado con un disolvente inerte (véase el documento de patente 11), se desvelan para la mejora del rendimiento durante la descomposición térmica del uretano.

Por ejemplo, el documento de patente 12 describe un proceso para la producción de diisocianato de hexametileno que implica la descomposición térmica de dietil uretano de hexametileno en presencia de tolueno de dibencilo como disolvente y en presencia de una mezcla de catalizador que contiene sulfonato de metil tolueno y dicloruro de difenil estaño. Sin embargo, puesto que no hay ninguna descripción detallada de la producción de los componentes de partida, el aislamiento o la purificación y la recuperación arbitraria del disolvente y la mezcla de catalizador, los efectos económicos de este proceso fueron incapaces de evaluarse.

De acuerdo con el proceso descrito en el documento de patente 13, el uretano se puede descomponer fácilmente en isocianato y alcohol en un lecho fluidizado que contiene carbono sin usar un catalizador. Además, de acuerdo con la descripción del documento de patente 14, el dialquil uretano de hexametileno se puede descomponer en una fase gaseosa a una temperatura superior a 300 °C en presencia o ausencia de un material de relleno permeable a los gases compuesto de, por ejemplo, carbono, cobre, bronce, acero, zinc, aluminio, titanio, cromo, cobalto o cuarzo, lo que da como resultado la formación de diisocianato de hexametileno.

De acuerdo con la descripción del documento de patente 14, el proceso se lleva a cabo en presencia de un haluro de hidrógeno y/o donador de haluro de hidrógeno. Sin embargo, este proceso es incapaz de lograr un rendimiento del diisocianato de hexametileno del 90 % o más. Esto se debe a que el producto de descomposición se reenlaza parcialmente, lo que da como resultado la formación de enlaces de uretano. Por tanto, se sigue requiriendo la purificación del diisocianato de hexametileno mediante destilación y existen numerosos casos en los que aumenta la pérdida de rendimiento.

Además, el documento de patente 15 desvela que los monocarbamatos se pueden descomponer de manera ventajosa a alto rendimiento sin usar un disolvente a presión reducida y/o en presencia o ausencia de un estabilizante y a una temperatura comparativamente baja. Los productos de descomposición (monoisocianatos y alcohol) se retiran mediante destilación de una mezcla de reacción en ebullición y se capturan por separado mediante condensación

fraccional. Un método para la retirada parcial de la mezcla de reacción se describe de manera genérica con el fin de retirar los subproductos formados durante la descomposición térmica. Por tanto, aunque resulta posible retirar los subproductos de la parte inferior del recipiente de reacción, sigue existiendo el problema del caso de las sustancias que se adhieren a las paredes del recipiente de reacción, tal como se ha descrito previamente, y los problemas con respecto al funcionamiento a largo plazo no están resueltos. Además, no existe ninguna descripción con respecto al uso industrial de las sustancias residuales retiradas (que contienen grandes cantidades de componentes útiles).

De acuerdo con la descripción del documento de patente 16, la descomposición térmica de policarbamatos alifáticos, alicíclicos o aromáticos se lleva a cabo a entre 150 y 350 °C y de 0,1 KPa a 2.000 KPa, en presencia de un disolvente inerte y en presencia o ausencia de un catalizador y adyuvante en forma de cloruro de hidrógeno, cloruro de ácido orgánico, agente de alquilación o compuesto de estaño orgánico. Los subproductos formados se pueden retirar de manera continua del recipiente de reacción junto con la solución de reacción, por ejemplo, y se añaden, de manera simultánea, las cantidades correspondientes de disolvente nuevo o disolvente recuperado. Los ejemplos de las desventajas de este proceso pueden incluir una disminución en el rendimiento espacio-tiempo del poliisocianato debido al uso de un disolvente de circulación y un gran requisito de energía, incluyendo la recuperación del disolvente. Además, puesto que el adyuvante usado es volátil en las condiciones de reacción, se puede producir la contaminación de los productos de descomposición. Además, puesto que existe una gran cantidad de sustancias residuales formadas en relación con el poliisocianato formado, existe alguna duda con respecto a la eficacia económica y la fiabilidad como proceso industrial.

El documento de patente 17 describe un proceso para la descomposición térmica continua de un carbamato suministrado a lo largo de las paredes internas de un recipiente de reacción tubular en forma de líquido en presencia de un disolvente de alto punto de ebullición, cuyo ejemplo puede incluir un diuretano alicíclico en forma de 5-(etoxicarbonilamino)-1-(etoxicarbonilaminometil)-1,3,3-trimetilciclohexano. Este proceso tiene los inconvenientes de un bajo rendimiento y una baja selectividad durante la producción de diisocianatos alifáticos (cíclicos). Además, no existe ninguna descripción de un método continuo que acompañe a la recuperación de carbamatos reenlazados o parcialmente descompuestos, ni tampoco existe ninguna mención del tratamiento posterior de disolventes que contienen subproductos y catalizadores.

De acuerdo con la descripción del documento de patente 18, se desvela un proceso de circulación para la producción de diisocianatos alifáticos (cíclicos) mediante la conversión de la correspondiente diamina en diuretano, seguida de la descomposición térmica del uretano. Este proceso minimiza las disminuciones en cuanto al rendimiento mediante la recirculación del producto de la etapa de descomposición de uretano después de la reacción con alcohol a una etapa de uretanización. Los subproductos que son incapaces de recircularse se retiran al separar los subproductos mediante la destilación de una mezcla de los productos de uretanización y, en este caso, se forman residuos sin valor en forma de productos de parte inferior y todos los componentes que tienen un punto de ebullición comparativamente bajo, incluyendo diuretano, se retiran de la parte superior de la columna. Sin embargo, este proceso tiene el inconveniente de usar una gran cantidad de energía. Esto se debe a que, además de requerir que todos los diuretanos se evaporen en presencia de un catalizador, los diuretanos deben evaporarse a un nivel de temperatura dentro de un intervalo de la temperatura de descomposición del uretano. Los grupos isocianato formados en los productos útiles se hacen reaccionar con el uretano residual, lo que, con frecuencia, da como resultado la formación de subproductos de peso molecular comparativamente alto que disminuyen el rendimiento.

De acuerdo con la descripción del documento de patente 19, se desvela un proceso por el que los subproductos sin valor se retiran parcialmente fuera del sistema antes de llevar a cabo la descomposición térmica del poliuretano. El inconveniente de este proceso es una disminución en el rendimiento del isocianato, puesto que el poliuretano termina estando contenido en los subproductos parcialmente retirados fuera del sistema. Además, aunque los componentes que no se someten a descomposición térmica están presentes en una mezcla de reacción obtenida en la etapa de descomposición térmica del poliuretano y que contiene poliuretano sin reaccionar, los oligómeros de alto punto de ebullición y otros subproductos sin valor que son capaces de reutilizarse se separan y se retiran de manera continua del aparato de descomposición térmica y se recirculan a la etapa de uretanización después de la reacción con alcohol ya sea directamente o tal como sea necesario en un intento de aumentar el rendimiento de los isocianatos, los oligómeros de alto punto de ebullición recirculados presentes en el sistema durante la etapa de uretanización pueden precipitarse en el recipiente de reacción de uretanización y acumularse de manera gradual sobre las paredes del recipiente de reacción, afectando de este modo al funcionamiento durante un largo período de tiempo.

Además, de acuerdo con la descripción del documento de patente 20, los isocianatos se producen mediante la descomposición de escisión térmica continua de éster de ácido carbámico usando un proceso en el que un medio de reacción que contiene éster de ácido carbámico se calienta, de manera que se forma una mezcla bifásica que tiene un volumen de gas mayor del 50 %, la fase gaseosa se descarga de manera continua del recipiente de reacción y la fase líquida se descarga de manera continua del recipiente de reacción. En este proceso también, aunque los componentes que no se someten a descomposición térmica están presentes en una mezcla de reacción que contiene poliuretano sin reaccionar, los oligómeros de alto punto de ebullición y otros subproductos sin valor que son capaces de reutilizarse se separan y se retiran de manera continua del aparato de descomposición térmica y se recirculan a la etapa de uretanización después de la reacción con alcohol ya sea directamente o tal como sea necesario en un intento de aumentar el rendimiento de los isocianatos, de manera similar al proceso descrito anteriormente, los oligómeros de

alto punto de ebullición recirculados presentes en el sistema durante la etapa de uretanización pueden precipitarse en el recipiente de reacción de uretanización y acumularse de manera gradual sobre las paredes del recipiente de reacción, afectando de este modo al funcionamiento durante un largo período de tiempo.

5 El documento de patente 21 desvela un proceso para llevar a cabo la descomposición térmica mediante la evaporación del uretano de metilo, obtenido mediante la reacción de carbonato de dimetilo y amina en presencia de un catalizador básico, seguida de la introducción en un recipiente de reacción de descomposición térmica. Aunque los componentes sin evaporar se retiran de la parte inferior del evaporador durante la evaporación del uretano de metilo, puesto que el uretano de metilo termina estando contenido en los componentes retirados, este proceso tiene el inconveniente de
10 causar una disminución en el rendimiento del isocianato. Además, la desnaturalización térmica del uretano de metilo también tiende a producirse fácilmente, puesto que el vapor del uretano de metilo se transfiere a una temperatura alta.

Documento de patente 1: patente estadounidense n.º 4497963
Documento de patente 2: patente estadounidense n.º 4290970
15 Documento de patente 3: patente estadounidense n.º 4388238
Documento de patente 4: patente estadounidense n.º 4430505
Documento de patente 5: patente estadounidense n.º 4480110
Documento de patente 6: patente estadounidense n.º 4596678
Documento de patente 7: patente estadounidense n.º 4596679
20 Documento de patente 8: publicación de patente europea n.º 0320235
Documento de patente 9: patente estadounidense n.º 2692275
Documento de patente 10: patente estadounidense n.º 3734941
Documento de patente 11: patente estadounidense n.º 4081472
Documento de patente 12: patente estadounidense n.º 4388426
25 Documento de patente 13: patente estadounidense n.º 4482499
Documento de patente 14: patente estadounidense n.º 4613466
Documento de patente 15: patente estadounidense n.º 4386033
Documento de patente 16: patente estadounidense n.º 4388246
Documento de patente 17: patente estadounidense n.º 4692550
30 Documento de patente 18: patente europea n.º 0355443
Documento de patente 19: patente estadounidense n.º 5386053
Documento de patente 20: patente japonesa n.º 3238201
Documento de patente 21: patente estadounidense n.º 5315034

35 Documento no de patente 1: Berchte der Deutechen Chemischen Gesellschaft, Vol. 3, p. 653, 1870
Documento no de patente 2: Journal of American Chemical Society, Vol. 81, p. 2138, 1959

Divulgación de la invención

40 Problemas a resolver por la invención

Tal como se ha descrito anteriormente, se han realizado diversos estudios sobre los procesos para la producción de isocianatos sin usar fosgeno tóxico. Sin embargo, debido al problema del funcionamiento continuo a largo plazo, que resulta difícil debido a la formación de subproductos de alto punto de ebullición y la adhesión de estos subproductos
45 de alto punto de ebullición al recipiente de reacción, casi ninguno de estos procesos se ha llevado a cabo industrialmente.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un proceso que permita una producción estable de isocianatos durante un largo período sin usar fosgeno que esté libre de los diversos problemas hallados en la técnica anterior.

50 Medios para resolver los problemas

Como resultado de la realización de amplios estudios para resolver los problemas anteriores, los inventores de la presente invención hallaron de manera inesperada que, en un proceso para la producción de isocianatos mediante el
55 sometimiento del éster de ácido carbámico a una reacción de descomposición térmica, el funcionamiento se puede llevar a cabo de manera continua durante un largo período de tiempo sin causar la obstrucción del recipiente de reacción debido a la adhesión de los subproductos al mismo mediante el suministro de un componente de fase líquida recuperado de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica a la parte superior del recipiente de reacción de descomposición térmica, conduciendo de este modo a la finalización de la presente invención.

60 En concreto, la presente invención proporciona lo siguiente:

[1] un proceso para la producción de un isocianato mediante el sometimiento de un éster de ácido carbámico a una reacción de descomposición térmica, que comprende las etapas de:

65 recuperar un componente de bajo punto de ebullición en forma de un componente de fase gaseosa de un

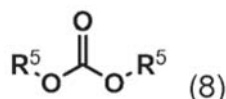
recipiente de reacción de descomposición térmica en el que se lleva a cabo la reacción de descomposición térmica;

recuperar un componente de fase líquida que contiene el éster de ácido carbámico de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica; y

suministrar todo o una parte del componente de fase líquida a la parte superior del recipiente de reacción de descomposición térmica,

en el que el éster de ácido carbámico es un éster de ácido carbámico producido mediante la reacción de un éster de ácido carbónico con un compuesto de amina,

en el que el éster de ácido carbónico es un compuesto representado mediante la siguiente Fórmula (8):



(en la que R⁵ representa un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono),

en el que el éster de ácido carbónico contiene un átomo de metal de 0,001 ppm al 10 % y

en el que el átomo de metal es hierro.

[2] El proceso de acuerdo con el artículo [1], en el que el éster de ácido carbámico se suministra al recipiente de reacción de descomposición térmica dentro de un intervalo de temperatura de 50 a 180 °C.

[3] El proceso de acuerdo con el artículo [1] o [2], en el que el éster de ácido carbámico se suministra al recipiente de reacción de descomposición térmica en forma de un líquido.

[4] El proceso de acuerdo con el artículo [1], en el que el recipiente de reacción para la producción del éster de ácido carbámico y el recipiente de reacción de descomposición térmica pueden ser los mismos o diferentes y el recipiente de reacción para la producción de éster de ácido carbámico y el recipiente de reacción de descomposición térmica son al menos un recipiente de reacción seleccionado del grupo que consiste en un recipiente de reacción de tipo columna y un recipiente de reacción de tipo tanque.

[5] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [4], en el que el recipiente de reacción de descomposición térmica se compone de al menos un recipiente de reacción seleccionado del grupo que consiste en un evaporador, una columna de destilación multifase continua, una columna rellena, un evaporador de película fina y un evaporador de película descendente.

[6] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [5], en el que la reacción de descomposición térmica se lleva a cabo en una fase líquida.

[7] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [6], en el que una mezcla, en la que todo o una parte de un compuesto de hidroxilo y/o todo o una parte del éster de ácido carbámico se ha separado de una mezcla que contiene el éster de ácido carbámico producido mediante la reacción de un éster de ácido carbónico y un compuesto de amina, se suministra a un aparato de reacción de descomposición térmica.

[8] El proceso de acuerdo con el artículo [7], en el que la separación se lleva a cabo mediante la separación por destilación y la separación por destilación se lleva a cabo a 180 °C o menos.

[9] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [8], en el que todo o una parte del componente de fase líquida recuperado de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica se suministra a la parte superior del recipiente de reacción de descomposición térmica dentro de un intervalo de temperatura de 50 a 180 °C.

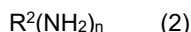
[10] El proceso de acuerdo con el artículo [1], en el que el éster de ácido carbónico se usa en una relación estequiométrica de 1 vez o más basándose en los grupos amino que constituyen el compuesto de amina.

[11] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [10], que comprende, adicionalmente, limpiar un subproducto de alto punto de ebullición adherido al recipiente de reacción de descomposición térmica, con un ácido.

[12] El proceso de acuerdo con el artículo [11], en el que el ácido es un compuesto de hidroxilo aromático.

[13] El proceso de acuerdo con el artículo [1] a [12], en el que R⁵ en el éster de ácido carbónico representa un grupo alifático que tiene de 5 a 7 átomos de carbono.

[14] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [13], en el que el compuesto de amina es un compuesto representado mediante la siguiente Fórmula (2):



(en la que R² representa un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, conteniendo el grupo anterior un átomo seleccionado de los átomos de carbono y oxígeno y teniendo una valencia igual a n, y n representa un número entero de 2 a 10).

[15] El proceso de acuerdo con el artículo [14], en el que el compuesto de amina es un compuesto de diamina representado mediante la Fórmula (2) en la que n es 2.

[16] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [15], en el que un componente de bajo punto

de ebullición se suministra a una columna de destilación en forma de un componente gaseoso a partir del componente de bajo punto de ebullición formado mediante la reacción de descomposición térmica y recuperado en forma de un componente de fase gaseosa y un compuesto de hidroxilo que se origina a partir del éster de ácido carbámico y un isocianato que se origina a partir del éster de ácido carbámico se separan en la columna de destilación.

[17] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [16], en el que un compuesto de hidroxilo que se origina a partir del éster de ácido carbámico y un isocianato que se origina a partir del éster de ácido carbámico se recuperan por separado a partir de un componente de bajo punto de ebullición formado mediante la reacción de descomposición térmica y recuperado en forma de un componente gaseoso mediante un evaporador de película fina.

[18] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [17], en el que el isocianato se recupera a partir del componente de fase líquida mediante la separación por destilación.

[19] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [18], en el que R^5 en el éster de ácido carbámico en la Fórmula (8) representa un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y el éster de ácido carbámico se produce de acuerdo con un proceso que comprende las siguientes Etapas (1) y (2):

Etapa (1): obtener una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo mediante la reacción de un compuesto de estaño orgánico que tiene un enlace de estaño-oxígeno-carbono y dióxido de carbono; y
Etapa (2): obtener un carbonato de dialquilo y un líquido de residuo mediante la separación de la mezcla de reacción.

[20] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [18], en el que R^5 en el éster de ácido carbámico en la Fórmula (8) representa un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono y el éster de ácido carbámico se produce de acuerdo con un proceso que comprende la siguiente Etapa (3), además de las Etapas (1) y (2):

Etapa (3): obtener un carbonato de diarilo mediante la reacción del carbonato de dialquilo separado en la Etapa (2) y un Compuesto A de hidroxilo aromático, seguida de la recuperación de un alcohol de subproducto.

[21] El proceso de acuerdo con el artículo [19] o [20], en el que el éster de ácido carbámico es un éster de ácido carbámico producido mediante un proceso que comprende las siguientes Etapas (4) y (5), además de las Etapas (1) y (2) o las Etapas (1) a (3):

Etapa (4): formar un compuesto de estaño orgánico que tiene un enlace de estaño-oxígeno-carbono y agua mediante la reacción del líquido de residuo obtenido en la Etapa (2) con un alcohol, seguida de la retirada del agua de un sistema de reacción; y

Etapa (5): reutilizar el compuesto de estaño orgánico que tiene el enlace de estaño-oxígeno-carbono obtenido en la Etapa (4) como el compuesto de estaño orgánico que tiene el enlace de estaño-oxígeno-carbono de la Etapa (1).

[22] El proceso de acuerdo con el artículo [21], en el que el alcohol recuperado en la Etapa (3) se reutiliza como el alcohol de la Etapa (4).

[23] El proceso de acuerdo con el artículo [21], en el que en caso de que el compuesto de hidroxilo sea un alcohol, este se usa como el alcohol de la Etapa (4), mientras que, en caso de que el compuesto de hidroxilo sea un compuesto de hidroxilo aromático, este se usa como el Compuesto A de hidroxilo aromático de la Etapa (3).

[24] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [7] a [23], en el que el éster de ácido carbámico separado se reutiliza como éster de ácido carbámico.

[25] El proceso de acuerdo con uno cualquiera de los artículos [1] a [24], en el que la reacción de descomposición térmica del éster de ácido carbámico se lleva a cabo en ausencia de un disolvente.

[26] El proceso de acuerdo con el artículo [1] a [25], en el que el suministro del compuesto de amina al recipiente de reacción en el que se hacen reaccionar el éster de ácido carbámico y el compuesto de amina se lleva a cabo en un estado líquido.

[27] El proceso de acuerdo con el artículo [1] a [26], en el que el suministro del compuesto de amina al recipiente de reacción en el que se hacen reaccionar el éster de ácido carbámico y el compuesto de amina se lleva a cabo en forma de una mezcla con alcohol, agua o éster de ácido carbámico.

Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con la presente invención, los isocianatos se pueden producir sin usar fosgeno y resulta posible el funcionamiento continuo durante un largo periodo de tiempo.

Breve descripción de los dibujos

La FIG. 1 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de producción continua para la producción de éster de ácido carbámico de acuerdo con una realización de la presente invención;

la FIG. 2 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de producción de éster de ácido carbámico de acuerdo con una realización de la presente invención;

la FIG. 3 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de destilación de componente de bajo punto de ebullición

de acuerdo con una realización de la presente invención;
 la FIG. 4 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de destilación de componente de bajo punto de ebullición de acuerdo con una realización de la presente invención;
 la FIG. 5 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de producción de isocianato de acuerdo con una
 5 realización de la presente invención;
 la FIG. 6 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de producción de isocianato de acuerdo con una realización de la presente invención;
 la FIG. 7 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de producción de éster de ácido carbámico de acuerdo con una realización de la presente invención;
 10 la FIG. 8 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de producción de isocianato de acuerdo con una realización de la presente invención;
 la FIG. 9 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de producción de éster de ácido carbámico de acuerdo con una realización de la presente invención;
 la FIG. 10 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de producción de éster de ácido carbámico de acuerdo
 15 con una realización de la presente invención; y
 la FIG. 11 es un dibujo conceptual que muestra un aparato de producción de isocianato de acuerdo con una realización de la presente invención.

Descripción de los números de referencia

20

(en la FIG. 1)

101, 107: columna de destilación
 102: recipiente de reacción de tipo columna
 25 103, 106: evaporador de película fina
 104: autoclave
 105: tanque de descarbonización
 111, 112, 117: recalentador
 121, 123, 126, 127: condensador
 30 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17: línea

(en la FIG. 2)

201, 202, 203, 206: tanque de almacenamiento
 35 204: recipiente de reacción regulado
 205: columna
 21, 22, 23, 24, 25: línea

(en la FIG. 3)

302: columna de destilación multifase continua
 305, 306: tanque de almacenamiento
 301: precalentador
 303: condensador
 45 304: recalentador
 31, 32, 33, 34, 35: línea

(en la FIG. 4)

402: columna de destilación multifase continua
 405, 406: tanque de almacenamiento
 401: precalentador
 403: condensador
 404: recalentador
 55 41, 42, 43, 44, 45: línea

(en la FIG. 5)

501: evaporador de película fina
 60 502, 505: columna de destilación multifase continua
 508, 509, 510: tanque de almacenamiento
 503, 506: condensador
 504, 507: recalentador
 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64: línea
 65

(en la FIG. 6)

701: evaporador de película fina
702, 705, 708: columna de destilación multifase continua
703, 706, 709: condensador
704, 707, 710: recalentador
711: tanque de almacenamiento
70, 71, 72, 73, 74, 75, 76, 77, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 89: línea

(en la FIG. 7)

721, 722, 723, 725: tanque de almacenamiento
724: recipiente de reacción regulado
A1, A2, A3, A4: línea

(en la FIG. 8)

801, 804, 807: columna de destilación multifase continua
802, 805, 808: condensador
803, 806, 809: recalentador
B1, B2, B3, B4, B5, B6, B7, B8, B9, B10, B11, B12, B13, B14, B15: línea

(en la FIG. 9)

901, 902, 903, 906: tanque de almacenamiento
904: recipiente de reacción regulado
905: columna
C1, C2, C3, C4, C5, C6: línea

(en la FIG. 10)

1001, 1002, 1003, 1006: tanque de almacenamiento
1004: recipiente de reacción regulado
1005: columna 1007: condensador
D1, D2, D3, D4, D5, D6: línea

(en la FIG. 11)

1102, 1409, 1411: tanque de almacenamiento
1104: recipiente de reacción regulado
1105, 1106: columna de destilación multifase continua
1107, 1110: condensador
1108, 1112: recalentador
E1, E2, E3, E4, E5, E6, E7, E8, E9, E10, E11, E12, E13: línea

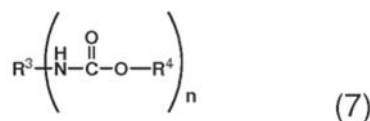
Mejor modo para llevar a cabo la invención

Lo siguiente proporciona una explicación detallada del mejor modo para llevar a cabo la presente invención (en lo sucesivo en el presente documento denominado "presente realización").

El proceso de producción de isocianato de acuerdo con la presente realización es un proceso para la producción de isocianato mediante el sometimiento de un éster de ácido carbámico, producido mediante la reacción de un éster de ácido carbónico y un compuesto de amina, a una reacción de descomposición térmica en ausencia de un disolvente, que comprende las etapas de: recuperar un componente de bajo punto de ebullición del recipiente de reacción de descomposición térmica en el que la reacción de descomposición térmica se lleva a cabo en forma de un componente de fase gaseosa; recuperar un componente de fase líquida que contiene éster de ácido carbámico de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica; y suministrar todo o una parte del componente de fase líquida a la parte superior del recipiente de reacción de descomposición térmica.

<Éster de ácido carbámico>

Aunque no existe ninguna limitación particular sobre el éster de ácido carbámico usado en el proceso de producción de isocianato de acuerdo con la presente realización, se usa preferentemente un éster de ácido carbámico representado mediante la siguiente Fórmula (7):



(en la que R³ representa un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, conteniendo el grupo anterior un átomo seleccionado de los átomos de carbono y oxígeno y teniendo una valencia igual a n,

R⁴ representa un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, conteniendo el grupo alifático y aromático un átomo seleccionado de los átomos de carbono y oxígeno, y

n representa un número entero de 1 a 10).

En la Fórmula (7) anterior, el éster de ácido carbámico es preferentemente un éster de ácido policarbámico en el que n es un número seleccionado de los números enteros de 2 o más y más preferentemente un éster de ácido policarbámico en el que n es 2.

Los ejemplos de R³ en la Fórmula (7) pueden incluir hidrocarburos lineales, tales como metileno, dimetileno, trimetileno, tetrametileno, pentametileno, hexametileno u octametileno; hidrocarburos alicíclicos no sustituidos, tales como ciclopentano, ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano o bis(ciclohexil)alcano; ciclohexanos sustituidos con alquilo, tales como metilciclopentano, etilciclopentano, metilciclohexano (incluyendo isómeros), etilciclohexano (incluyendo isómeros), propilciclohexano (incluyendo isómeros), butilciclohexano (incluyendo isómeros), pentilciclohexano (incluyendo isómeros) o hexilciclohexano (incluyendo isómeros); ciclohexanos sustituidos con dialquilo, tales como dimetilciclohexano (incluyendo isómeros), dietilciclohexano (incluyendo isómeros) o dibutilciclohexano (incluyendo isómeros); ciclohexanos sustituidos con trialquilo, tales como 1,5,5-trimetilciclohexano, 1,5,5-trietilciclohexano, 1,5,5-tripropilciclohexano (incluyendo isómeros) o 1,5,5-tributilciclohexano (incluyendo isómeros); bencenos sustituidos con monoalquilo, tales como tolueno, etilbenceno o propilbenceno; bencenos sustituidos con dialquilo, tales como xileno, dietilbenceno o dipropilbenceno; e hidrocarburos aromáticos, tales como difenilalcano o benceno. En particular, se usan preferentemente los grupos hexametileno, fenileno, difenilmetano, tolueno, ciclohexano, xilenilo, metilciclohexano, isoforona y dicitlohexilmetano.

Los ejemplos de R⁴ en la Fórmula (7) anterior pueden incluir grupos alquilo, tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (incluyendo isómeros), un grupo butilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilo (incluyendo isómeros), un grupo octilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilo (incluyendo isómeros), un grupo decilo (incluyendo isómeros), un grupo undecilo (incluyendo isómeros), un grupo dodecilo (incluyendo isómeros), un grupo tridecilo (incluyendo isómeros), un grupo tetradecilo (incluyendo isómeros), un grupo pentadecilo (incluyendo isómeros), un grupo hexadecilo (incluyendo isómeros), un grupo heptadecilo (incluyendo isómeros), un grupo octadecilo (incluyendo isómeros), un grupo nonadecilo (incluyendo isómeros) o un grupo eicosilo (incluyendo isómeros); grupos cicloalquilo, tales como un grupo ciclopentilo, un grupo ciclohexilo, un grupo cicloheptilo, un grupo ciclooctilo, un grupo ciclonoñilo o un grupo ciclodecilo; grupos alcoxilalquilo, tales como un grupo metoximetilo, un grupo metoxietilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxipropilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxibutilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxipentilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxihexilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxiheptilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxioctilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxinonilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxidecilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxiundecilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxidodecilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxitridecilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxitetradecilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxipentadecilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxihexadecilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxiheptadecilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxioctadecilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxinonadecilo (incluyendo isómeros), un grupo etoximetilo, un grupo etoxietilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxipropilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxibutilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxipentilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxihexilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxiheptilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxioctilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxinonilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxidecilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxiundecilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxidodecilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxitridecilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxitetradecilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxipentadecilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxihexadecilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxiheptadecilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxioctadecilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloximetilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxietilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxipropilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxibutilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxipentilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxihexilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxiheptilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxioctilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxinonilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxidecilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxiundecilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxidodecilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxitridecilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxitetradecilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxipentadecilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxihexadecilo (incluyendo isómeros), un grupo propiloxiheptadecilo (incluyendo isómeros), un grupo butiloximetilo (incluyendo isómeros), un grupo butiloxietilo (incluyendo isómeros), un grupo butiloxipropilo (incluyendo isómeros), un grupo butiloxibutilo (incluyendo isómeros), un grupo butiloxipentilo (incluyendo isómeros), un grupo butiloxihexilo (incluyendo isómeros), un grupo butiloxiheptilo

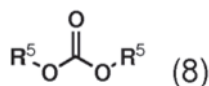
propilbutilfenoxifenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilpentilhexilfenilo (incluyendo isómeros) o un grupo propilpentilfenoxifenilo.

Entre estos grupos, los grupos alquilo, en los que el número de átomos de carbono que constituyen el grupo es un número seleccionado del grupo que consiste en números enteros de 5 a 12, o los grupos arilo, en los que el número de átomos de carbono que constituyen el grupo es un número seleccionado del grupo que consiste en números enteros de 6 a 12, son preferibles y los grupos alquilo en forma de grupos pentilo (incluyendo isómeros), grupos hexilo (incluyendo isómeros), grupos heptilo (incluyendo isómeros) o grupos octilo (incluyendo isómeros), en los que el número de átomos de carbono que constituyen el grupo es un número seleccionado del grupo que consiste en números enteros de 5 a 7, y los grupos arilo en forma de grupos fenilo o grupos metilfenilo (incluyendo isómeros), en los que el número de átomos de carbono que constituyen el grupo es un número seleccionado del grupo que consiste en números enteros de 5 a 7, se usan más preferentemente. En el caso de los grupos alquilo o grupos arilo en los que el número de átomos de carbono es 4 o menor, puesto que el punto de ebullición del éster de ácido carbámico no es lo suficientemente alto, en las condiciones de descomposición térmica de los ésteres de ácido carbámico que se describirán más adelante, existen casos en los que el éster de ácido carbámico se retira por destilación en la fase gaseosa, dificultando de este modo la separación de los isocianatos. Además, en el caso de los grupos alquilo o grupos arilo en los que el número de átomos de carbono es 8 o más, puesto que la diferencia entre el punto de ebullición del compuesto de hidroxilo formado en la reacción de descomposición térmica y el punto de ebullición del isocianato se vuelve pequeña, se pueden encontrar dificultades durante la separación.

Los ejemplos de tales policarbamatos de alquilo pueden incluir carbamatos de alquilo, tales como dipentil éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico (incluyendo isómeros), dihexil éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico (incluyendo isómeros), diheptil éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico (incluyendo isómeros), dipentil-4,4'-metilen-diciclohexilcarbamato (incluyendo isómeros), dihexil-4,4'-metilen-diciclohexilcarbamato (incluyendo isómeros), diheptil-4,4'-metilen-diciclohexilcarbamato (incluyendo isómeros), pentil éster de ácido 3-(pentiloxycarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), hexil éster de ácido 3-(hexiloxycarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), heptil éster de ácido 3-(heptiloxycarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), dipentil éster de ácido toluen dicarbámico (incluyendo isómeros), dihexil éster de ácido toluen dicarbámico (incluyendo isómeros), diheptil éster de ácido toluen dicarbámico (incluyendo isómeros), dipentil éster de ácido N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-biscarbámico, dihexil éster de ácido N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-biscarbámico o diheptil éster de ácido N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-biscarbámico; y carbamatos de arilo, tales como difenil éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico, di(metilfenil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico (incluyendo isómeros), difenil-4,4'-metilen-diciclohexilcarbamato, di(metilfenil)-4,4'-metilen-diciclohexilcarbamato (incluyendo isómeros), fenil éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (metilfenil) éster de ácido 3-((metilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), difenil éster de ácido toluen dicarbámico (incluyendo isómeros), di(metilfenil) éster de ácido toluen dicarbámico (incluyendo isómeros), difenil éster de ácido N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-biscarbámico o di(metilfenil) éster de ácido N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-biscarbámico.

Los ésteres de ácido carbámico de la presente invención se producen mediante la reacción de los ésteres de ácido carbónico y los compuestos de amina.

Los ésteres de ácido carbónico representados mediante la siguiente Fórmula (8) se usan para el éster de ácido carbónico.

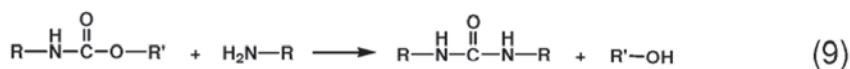


(en la que R⁵ representa un grupo alifático lineal o ramificado que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono).

Los ejemplos de R⁵ pueden incluir grupos alquilo, tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (incluyendo isómeros), un grupo butilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilo (incluyendo isómeros), un grupo octilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilo (incluyendo isómeros), un grupo decilo (incluyendo isómeros), un grupo undecilo (incluyendo isómeros), un grupo dodecilo (incluyendo isómeros), un grupo tridecilo (incluyendo isómeros), un grupo tetradecilo (incluyendo isómeros), un grupo pentadecilo (incluyendo isómeros), un grupo hexadecilo (incluyendo isómeros), un grupo heptadecilo (incluyendo isómeros), un grupo octadecilo (incluyendo isómeros), un grupo nonadecilo (incluyendo isómeros) o un grupo eicosilo (incluyendo isómeros); grupos cicloalquilo, tales como un grupo ciclopropilo, un grupo ciclohexilo, un grupo cicloheptilo, un grupo ciclooctilo, un grupo ciclononilo o un grupo ciclodecilo; grupos alcoxi-alquilo, tales como un grupo metoximetilo, un grupo metoxietilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxipropilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxibutilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxipentilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxihexilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxiheptilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxioctilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxinonilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxidecilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxiundecilo

metiletildecilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metiletilfenoxifenilo (incluyendo isómeros), un grupo metiletilcumilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilbutilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilpentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilhexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpropiloctilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilnonilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpropildecilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilfenoxifenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilcumilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilbutilpentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilbutilhexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilbutilheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilbutiloctilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilbutilfenoxifenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilbutilcumilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpentilhexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpentilheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpentiloctilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilpentilfenoxifenilo (incluyendo isómeros), un grupo metilhexilheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilpropilbutilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilpropilpentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilpropilhexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilpropilheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilpropiloctilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilpropilfenoxifenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilpropilcumilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilbutilpentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilbutilhexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilbutilheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilbutiloctilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilbutilfenoxifenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilpentilhexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilpentilheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilpentilfenoxifenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilbutilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilbutilpentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilbutilhexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilbutilheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilbutilfenoxifenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilpentilhexilfenilo (incluyendo isómeros) o un grupo propilpentilfenoxifenilo. Entre estos grupos, los grupos alquilo, en los que el número de átomos de carbono que constituyen el grupo es un número seleccionado de números enteros de 1 a 20, tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (incluyendo isómeros), un grupo butilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilo (incluyendo isómeros) o un grupo octilo (incluyendo isómeros), son preferibles. Entre estos grupos, los grupos alquilo que tienen de 1 a 12 átomos de carbono o los grupos aromáticos que tienen de 6 a 12 átomos de carbono son preferibles, aunque los grupos alquilo que tienen de 5 a 7 átomos de carbono o los grupos aromáticos que tienen de 5 a 7 átomos de carbono son más preferibles. Los ejemplos de tales ésteres de ácido carbónico pueden incluir carbonato de dipentilo (incluyendo isómeros), carbonato de dihexilo (incluyendo isómeros), carbonato de diheptilo (incluyendo isómeros), carbonato de difenilo y carbonato de di(metilfenilo).

Estos ésteres de ácido carbónico contienen átomos de hierro dentro de un intervalo de 0,001 ppm al 10 %, más preferentemente dentro de un intervalo de 0,001 ppm al 5 % e incluso más preferentemente dentro de un intervalo de 0,002 ppm al 3 %. Además, los átomos de metal pueden estar presentes en forma de iones de metal o en forma de átomos de metal individuales. El átomo de metal es hierro. Los inventores de la presente invención hallaron, de manera inesperada, que cuando se usan los ésteres de ácido carbónico que contienen átomos de metal en una concentración dentro del intervalo anterior, se demuestra un efecto que inhibe una reacción de desnaturalización de los ésteres de ácido carbámico formados en la reacción entre los ésteres de ácido carbónico y los compuestos de amina. Aunque el mecanismo mediante el que se demuestra este efecto no es claro, los inventores de la presente invención supusieron que estos átomos de metal se coordinan con los enlaces de uretano (-NHCOO-) de los ésteres de ácido carbámico formados en la reacción, estabilizando de este modo los enlaces de uretano e inhibiendo las reacciones secundarias, tal como se indica en la Fórmula (2) anterior y la Fórmula (9) a continuación, por ejemplo:



(en la que cada uno de R y R' representa, de manera independiente, un grupo alquilo o grupo aromático).

Además, aunque el efecto de inhibición de la desnaturalización de los ésteres de ácido carbámico mediante átomos de metal también se observa en el transporte de un líquido de reacción que contiene ésteres de ácido carbámico que se describirá más adelante, el mecanismo de este efecto también se supone que es el mismo que el descrito anteriormente.

Aunque se espera obtener efectos similares incluso si se produce una mezcla mediante el mezclado de los ésteres de ácido carbónico y los compuestos de amina y los ejemplos indicados previamente de átomos de metal se añaden a la mezcla dentro del intervalo anterior, como resultado de amplios estudios realizados por los inventores de la presente invención, se determinó que resulta difícil la obtención de los efectos anterior simplemente mediante la adición de átomos de metal a la mezcla de los ésteres de ácido carbónico y los compuestos de amina. Aunque la razón para la obtención de tal resultado no es clara, los inventores de la presente invención supusieron que, al contrario de los ésteres de ácido carbónico que se coordinan con los átomos de metal contenidos en el éster de ácido carbónico, puesto que la interacción entre los átomos de metal y los compuestos de amina es mayor que la interacción entre los átomos de metal y los ésteres de ácido carbónico, los átomos de metal añadidos a la mezcla de los ésteres de ácido carbónico y los compuestos de amina se coordinan en gran medida con los compuestos de amina, dificultando de este

modo la coordinación con los enlaces de uretano de los ésteres de ácido carbámico formados.

5 Aunque los ésteres de ácido carbónico en la presente realización se producen preferentemente mediante el proceso descrito a continuación, en caso de que los ejemplos indicados previamente de átomos de metal estén contenidos en los ésteres de ácido carbónico producidos de acuerdo con este proceso dentro del intervalo preferible descrito anteriormente, ese éster de ácido carbónico se puede usar como tal como está. En caso de que la cantidad de los átomos de metal contenidos en los ésteres de ácido carbónico sea menor que el intervalo descrito previamente, se pueden añadir otros átomos de metal en forma de sal orgánica, tal como acetatos o naftenatos, cloruro o complejo de acetona de acetilo. Además, en caso de que la cantidad de los átomos de metal sea mayor que el intervalo descrito previamente, los ésteres de ácido carbónico se pueden usar después de la reducción de la cantidad de átomos de metal dentro del intervalo descrito previamente mediante la retirada mediante, por ejemplo, limpieza con disolvente, purificación por destilación, cristalización o uso de una resina de intercambio iónico o mediante la retirada con una resina quelante.

15 Cabe destacar que, puesto que no se reconoce que los átomos de metal contenidos dentro del intervalo anterior en los ésteres de ácido carbónico tengan una acción catalítica en las reacciones entre los ésteres de ácido carbónico y los compuestos de amina en casi todos los casos, en este sentido, se distinguen claramente de los catalizadores usados para la producción de los ésteres de ácido carbámico que se describirán más adelante.

20 Puesto que la cantidad de los componentes de metal contenidos en el carbonato de diarilo se pueden cuantificar mediante diversos métodos conocidos, tales como análisis de absorción atómica, espectrometría de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente, espectrometría de masa de plasma acoplado inductivamente, análisis de rayos X fluorescentes, espectroscopía fotoelectrónica de rayos X, microanálisis por haz de electrones o espectrometría de masa de iones secundarios, el método se puede seleccionar en consideración de la forma de la muestra y la cantidad de los componentes de metal contenidos en la misma.

Los ésteres de ácido carbónico se producen preferentemente de acuerdo con las siguientes Etapas (1) y (2), en caso de que el éster de ácido carbónico sea un carbonato de dialquilo, o se producen de acuerdo con las siguientes Etapas (1) a (3), en caso de que el éster de ácido carbónico sea un carbonato de diarilo, en concreto:

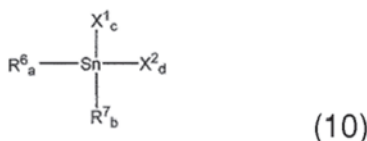
30 Etapa (1): (etapa de formación de carbonato de dialquilo) obtener una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo mediante la reacción de un compuesto de estaño orgánico que tiene un enlace de estaño-oxígeno-carbono y dióxido de carbono,
 Etapa (2): (etapa de separación de carbonato de dialquilo) obtener un líquido de residuo junto con la separación del carbonato de dialquilo de la mezcla de reacción; y
 Etapa (3): (etapa de producción de carbonato de diarilo) obtener un carbonato de diarilo mediante la reacción del carbonato de dialquilo separado en la Etapa (2) y un Compuesto A de hidroxí aromático, seguida de la recuperación de un alcohol de subproducto.

40 Además, se pueden llevar a cabo las siguientes Etapas (4) y (5), además de estas Etapas (1) y (2) o las Etapas (1) a (3), en concreto:

45 Etapa (4): (etapa de regeneración de compuesto de estaño orgánico) formar un compuesto de estaño orgánico que tiene un enlace de estaño-oxígeno-carbono y agua mediante la reacción del líquido de residuo obtenido en la Etapa (2) con un alcohol, seguida de la retirada del agua del sistema de reacción; y
 Etapa (5): (etapa de reciclado) reutilizar el compuesto de estaño orgánico que tiene el enlace de estaño-oxígeno-carbono obtenido en la Etapa (4) como el compuesto de estaño orgánico que tiene el enlace de estaño-oxígeno-carbono de la Etapa (1).

50 Los compuestos de estaño de dialquilo se usan preferentemente para el compuesto de estaño orgánico usado en la Etapa (1). El compuesto de estaño de dialquilo se refiere a un compuesto de estaño orgánico en el que se enlazan dos grupos alquilo con un átomo de estaño individual.

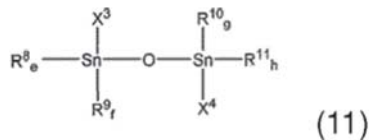
55 Los ejemplos de estos compuestos de estaño de dialquilo pueden incluir compuestos seleccionados de al menos un tipo de compuesto seleccionado del grupo que consiste en compuestos de estaño de dialquilo representados mediante la siguiente Fórmula (10) y compuestos de diestannoxano de tetraalquilo representados mediante la siguiente Fórmula (11):



60 (en la que cada uno de R^6 y R^7 representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene

de 1 a 12 átomos de carbono, cada uno de X^1 y X^2 representa, de manera independiente, al menos un tipo de sustituyente seleccionado del grupo que consiste en un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno, a y b representan, de manera respectiva, números enteros de 0 a 2, y $a + b = 2$ y c y d, de manera respectiva, representan números enteros de 0 a 2, y $c + d = 2$);

5



(en la que cada uno de R^8 , R^9 , R^{10} y R^{11} representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

10 X^3 y X^4 representan al menos un tipo de su sustituyente seleccionado del grupo que consiste en un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno, y e, f, g y h representan, de manera respectiva, números enteros de 0 a 2, y $e + f = 2$ y $g + h = 2$).

15 Los ejemplos de R^6 y R^7 en el catalizador de estaño de dialquilo representado mediante la Fórmula (10) anterior, así como los ejemplos de R^8 , R^9 , R^{10} y R^{11} en el compuesto de diestannoxano de tetraalquilo representado mediante la Fórmula (11) anterior pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos, en los que el número de átomos de carbono que constituyen el grupo es un número seleccionado del grupo que consiste en números enteros de 1 a 12, tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (incluyendo isómeros), un grupo butilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilo (incluyendo isómeros), un grupo octilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilo (incluyendo isómeros), un grupo decilo (incluyendo isómeros) o un grupo dodecilo (incluyendo isómeros). Los ejemplos más preferibles pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen el grupo es un número seleccionado del grupo que consiste en números enteros de 1 a 8 y, aunque se pueden usar los compuestos de estaño de dialquilo en los que el número de átomos de carbono que constituyen el grupo está fuera del intervalo indicado anteriormente, existen casos en los que la fluidez puede ser deficiente o la productividad puede verse afectada. Además, un grupo n-butilo o grupo n-octilo resulta más preferible en consideración de la facilidad de adquisición durante la producción industrial.

30 X^1 y X^2 del compuesto de estaño de dialquilo representado mediante la Fórmula (10) anterior y X^3 y X^4 del compuesto de diestannoxano de tetraalquilo representado mediante la Fórmula (11) anterior pueden incluir al menos un tipo de sustituyente seleccionado del grupo que consiste en un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un grupo halógeno y, en caso de que el grupo sea un grupo alcoxi y/o un grupo aciloxi, el número de átomos de carbono que constituyen el grupo es preferentemente un número seleccionado del grupo que consiste en números enteros de 0 a 12. Los ejemplos de tales grupos pueden incluir grupos alcoxi compuestos de un grupo alquilo saturado lineal o ramificado y un átomo de oxígeno, tales como un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propoxi (incluyendo isómeros), un grupo butoxi (incluyendo isómeros), un grupo pentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo hexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo heptiloxi (incluyendo isómeros), un grupo octiloxi (incluyendo isómeros), un grupo noniloxi (incluyendo isómeros) o un grupo deciloxi (incluyendo isómeros); grupos aciloxilo compuestos de un grupo alquilo saturado lineal o ramificado, grupo carbonilo y átomo de oxígeno, tales como un grupo acetoxi, un grupo propioniloxi, un grupo butiriloxi, un grupo valeriloxi o un grupo lauroiloxi; y átomos de halógeno, tales como un grupo cloro o grupo bromo. Los ejemplos más preferibles pueden incluir grupos alcoxi que tienen de 4 a 8 átomos de carbono en consideración de la fluidez y la solubilidad, así como su uso como catalizador de producción de éster de ácido carbónico.

45 Los ejemplos de compuestos de estaño de dialquilo representados mediante la Fórmula (10) pueden incluir estaños de dialquil-dialcoxi, tales como estaño de dimetil-dimetoxi, estaño de dimetil-dietoxi, estaño de dimetil-dipropoxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dibutoxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dipentiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dihexiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-diheptiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dioctiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dinoniloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dideciloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dimetoxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dietoxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dipropoxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dibutiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dipentiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dihexiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-diheptiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dioctiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dinoniloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dideciloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dimetoxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dietoxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dipropoxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dibutiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dipentiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dihexiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-diheptiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dioctiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dinoniloxi (incluyendo isómeros) o estaño de dioctil-dideciloxi (incluyendo isómeros); estaños de dialquil-diaciloxi, tales como estaño de dimetil-diacetoxi, estaño de dimetil-dipropioniloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dibutiriloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-valeriloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dilauroiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-diacetoxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dipropioniloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dibutiriloxi (incluyendo isómeros),

60

estaño de dibutil-divaleriloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dilauroiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-diacetoxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dipropioniloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dibutiriloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-valeriloxi (incluyendo isómeros) o estaño de dioctil-dilauroiloxi (incluyendo isómeros); y estaños de dialquil-dihaluro, tales como estaño de dimetil-dicloro, estaño de dimetil-dibromo, estaño de dibutil-dicloro (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dibromo (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dicloro (incluyendo isómeros) o estaño de dioctil-dibromo (incluyendo isómeros).

Entre estos, los dialcóxidos de estaño de dialquilo, tales como estaño de dimetil-dimetoxi, estaño de dimetil-dietoxi, estaño de dimetil-dipropoxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dibutoxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dipentiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dihexiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-diheptiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dioctiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dinoniloxi (incluyendo isómeros), estaño de dimetil-dideciloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dimetoxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dietoxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dipropoxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dibutiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dipentiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dihexiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-diheptiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dioctiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dinoniloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dideciloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dimetoxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dietoxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dipropoxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dibutiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dipentiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dihexiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-diheptiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dioctiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dinoniloxi (incluyendo isómeros) o estaño de dioctil-dideciloxi (incluyendo isómeros), son preferibles, los estaños de dialquil-dialcoxi, tales como estaño de dibutil-dipropoxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dibutiriloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dipentiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dihexiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-diheptiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dipropoxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dibutoxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dipentiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dihexiloxi (incluyendo isómeros) o estaño de dioctil-diheptiloxi (incluyendo isómeros), son más preferibles y el estaño de dibutil-dibutiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dipentiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dihexiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-diheptiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dibutil-dioctiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dipentiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-dihexiloxi (incluyendo isómeros), estaño de dioctil-diheptiloxi (incluyendo isómeros) o estaño de dioctil-dioctiloxi (incluyendo isómeros) es incluso más preferible.

Aunque la estructura de monómero se muestra para los compuestos de estaño de dialquilo representados mediante la Fórmula (10), esta puede ser una estructura de polímero o un asociado.

Los ejemplos de diestannoxanos de tetraalquil dialcoxi representados mediante la Fórmula (11) pueden incluir diestannoxanos de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dialcoxi, tales como diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dimetoxi, diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dietoxi, diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipentiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dihexiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diheptiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dioctiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dinoniloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dideciloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dimetoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dietoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dipropoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dibutoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dipentiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dihexiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-diheptiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dioctiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dinoniloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dideciloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dimetoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dietoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipropoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipentiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dihexiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diheptiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dioctiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dinoniloxi (incluyendo isómeros) o diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dideciloxi (incluyendo isómeros); diestannoxanos de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-diacetoxi, tales como diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-diacetoxi, diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropioniloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutiriloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-divaleriloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dilauroiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-diacetoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dipropioniloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dibutiriloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-divaleriloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dilauroiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-diacetoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dipropioniloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dibutiriloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-divaleriloxi (incluyendo isómeros) o diestannoxano de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dilauroiloxi (incluyendo isómeros); y

diestannoxanos de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dihaluro, tales como diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dicloro, diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibromo, diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dicloro (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dibromo (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dicloro (incluyendo isómeros) o diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibromo (incluyendo isómeros).

5 Entre estos, los diestannoxanos de 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dialcoxi, tales como diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dimetoxi, diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dietoxi, diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipentiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dihexiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diheptiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dioctiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dinoniloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dideciloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dimetoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dietoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dibutoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dipentiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dihexiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-diheptiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dioctiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dinoniloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dideciloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dimetoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dietoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipropoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dihexiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diheptiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dioctiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dinoniloxi (incluyendo isómeros) o diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dideciloxi (incluyendo isómeros), son preferibles y el diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dibutoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dipentiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dihexiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-diheptiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dioctiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipentiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dihexiloxi (incluyendo isómeros), diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diheptiloxi (incluyendo isómeros) o diestannoxano de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dioctiloxi (incluyendo isómeros) es más preferible.

35 Aunque la estructura de monómero se muestra para los diestannoxanos de tetraalquil dialcoxi representados mediante la Fórmula (11) anterior, esta también puede ser una estructura de polímero o un asociado.

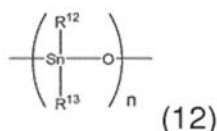
40 En general, los compuestos de estaño orgánico adoptan de manera fácil una estructura asociada y, aunque, por ejemplo, el estaño de dialcoxi de estaño de dialquilo se sabe que forma una estructura dímera y los diestannoxanos de tetraalquil dialcoxi se sabe que están presentes mediante la formación de una estructura de escalera en la que se asocian dos o tres moléculas, incluso en los casos en los que existen cambios en este estado asociado, la representación de un compuesto en forma de una estructura de monómero es común para una persona con experiencia habitual en la materia.

45 Además, el compuesto de estaño de dialquilo indicado previamente se puede usar solo o se pueden usar dos o más tipos como mezcla.

50 Un proceso de producción desvelado previamente (tal como el desvelado en el documento WO 2005/111049) se puede usar preferentemente como proceso para la producción de los compuestos de estaño de dialquilo. Este proceso es un proceso para la producción de compuestos de estaño de dialquilo a partir de óxidos de estaño de dialquilo y alcoholes.

55 Los ejemplos de alcoholes usados en la presente realización pueden incluir alcoholes, tales como metanol, etanol, propanol (incluyendo isómeros), butanol (incluyendo isómeros), pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros), heptanol (incluyendo isómeros), octanol (incluyendo isómeros), nonanol (incluyendo isómeros) o decanol (incluyendo isómeros), y se usa preferentemente un alcohol en el que el número de átomos de carbono que constituyen es un número seleccionado del grupo que consiste en números enteros de 1 a 12.

60 Los óxidos de estaño de dialquilo representados mediante la siguiente Fórmula (12) se usan para los óxidos de estaño de dialquilo usados en el proceso de síntesis de alcóxido de estaño de alquilo:



(en la que cada uno de R¹² y R¹³ representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono).

Los ejemplos de R¹² y R¹³ pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono, tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (incluyendo isómeros), un grupo butilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilo (incluyendo isómeros), un grupo octilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilo (incluyendo isómeros), un grupo decilo (incluyendo isómeros), un grupo undecilo (incluyendo isómeros) o un grupo dodecilo (incluyendo isómeros). Los ejemplos más preferibles pueden incluir grupos alquilo saturados lineales o ramificados que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, aunque los ejemplos incluso más preferibles pueden incluir un grupo n-butilo y un grupo n-octilo.

Los diestannoxanos de tetraalquil dialcoxi y/o los diestannoxanos de estaño de dialquilo se obtienen mediante la reacción de deshidratación de los alcoholes y los óxidos de estaño de dialquilo, al tiempo que se retira el agua formada a partir del sistema. La temperatura a la que se lleva a cabo la reacción se encuentra, por ejemplo, dentro de un intervalo de 80 a 180 °C y, con el fin de retirar por destilación el agua formada a partir del sistema, aunque varía de acuerdo con la presión de reacción, es preferible una temperatura de 100 a 180 °C. Aunque es preferible una temperatura alta para que la temperatura de reacción acelere la velocidad de reacción, puesto que las reacciones no deseables, tales como la descomposición, también se pueden producir a altas temperaturas, disminuyendo de este modo el rendimiento, la temperatura de reacción se encuentra más preferentemente dentro de un intervalo de 100 a 160 °C. La presión de reacción es una presión que permite que el agua formada se retire del sistema y la reacción se lleva a cabo a una presión de 20 a 1 x 10⁶ Pa, aunque varía de acuerdo con la temperatura de reacción. No existe ninguna limitación particular sobre el tiempo de reacción de la reacción de deshidratación y, en general, es de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas y más preferentemente de 0,1 a 2 horas. La reacción se puede finalizar una vez que se ha obtenido la composición de alcóxido de estaño de alquilo deseada. El progreso de la reacción también se determina mediante la medición de la cantidad de agua extraída fuera del sistema y también se puede determinar mediante un método que usa RMN-¹¹⁹Sn mediante el muestreo del líquido de reacción. Con el fin de producir la mezcla de la presente realización en la Etapa (1), la reacción se finaliza después de la confirmación de la obtención de una composición, en la que la relación molar del diestannoxano de tetraalquil dialcoxi y el alcóxido de estaño de dialquilo contenido en la composición de alcóxido de estaño de alquilo obtenida en la reacción anterior, cuando se expresa como el porcentaje molar combinado de ambos, se encuentra dentro de un intervalo de 0:100 a 80:20 y más preferentemente dentro de un intervalo de 10:90 a 70:30. El alcohol usado se puede usar mientras todavía está presente en el sistema de reacción y el alcohol también se puede usar mediante la retirada por destilación del alcohol, dependiendo del caso. Puesto que existe la ventaja de poderse reducir el tamaño de los recipientes de reacción de las otras etapas, resulta preferible la retirada de la mayor cantidad posible de alcohol. La retirada mediante la destilación conocida resulta preferible para el método de retirada y el equipo de destilación conocido se puede usar para el destilador usado para la destilación. Un aparato de destilación de película fina se usa preferentemente para el aparato de destilación, puesto que el alcohol se puede retirar en un período de tiempo corto. No existe ninguna limitación particular sobre el tipo de recipiente de reacción de la reacción de deshidratación y se puede usar un recipiente de reacción de tipo tanque o de tipo columna conocido. Una mezcla de reacción de bajo punto de ebullición que contiene agua se extrae en forma gaseosa del recipiente de reacción mediante destilación, mientras que una mezcla de reacción de alto punto de ebullición que contiene un alcóxido de estaño de alquilo producido o una mezcla de alcóxido de estaño de alquilo se extrae en forma de un líquido a partir de una parte inferior del recipiente de reacción. Se usan diversos métodos conocidos para tal recipiente de reacción, cuyos ejemplos pueden incluir los tipos que usan recipientes de reacción que contienen un tanque de agitación, un tanque de agitación multifase, una columna de destilación, una columna de destilación multifase, un reactor multitubular, una columna de destilación multifase continua, una columna rellena, un evaporador de película fina, un reactor provisto de un soporte interior, un reactor de circulación forzada, un evaporador de película descendente, un evaporador de goteo descendente, un reactor de flujo percolador o una columna de burbuja y los tipos que usan combinaciones de los mismos. Los métodos que usan un reactor de tipo columna son preferibles desde el punto de vista del desplazamiento de manera eficaz del equilibrio hacia el lado de los productos, mientras que una estructura que tiene un gran área de contacto de gas-líquido es preferible por ser capaz de transferir rápidamente el agua formada a la fase gaseosa. Aunque también se pueden usar métodos continuos que usan un reactor multitubular, una columna de destilación multifase o una columna rellena con un relleno, puesto que el óxido de estaño de dialquilo en esta etapa es, en general, un sólido, resulta preferible el empleo de un método en el que la reacción se lleve a cabo, en primer lugar, en un recipiente de reacción de tipo tanque, seguido del aumento del contenido de alcóxido de estaño de dialquilo en un recipiente de reacción de tipo columna. Aunque se pueden usar materiales conocidos para los materiales del recipiente de reacción y las líneas siempre que estos no tengan un efecto perjudicial, los materiales, tales como SUS304, SUS316 o SUS316L, son económicos y se pueden usar preferentemente. Los aparatos de proceso conocidos, tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un recalentador, una bomba o un condensador, se pueden añadir tal como sea necesario, un método conocido, tal como vapor o un calentador, se puede usar para el calentamiento y un método conocido, tal como enfriamiento con aire, agua de enfriamiento o salmuera, se puede usar para el enfriamiento.

La Etapa (1) es una etapa para la producción de ésteres de ácido carbónico mediante la reacción de los compuestos de estaño de dialquilo de acuerdo con el proceso descrito anteriormente con dióxido de carbono gaseoso. Un proceso de producción de éster de ácido carbónico desvelado previamente (tal como el desvelado en el documento WO

03/055840 o WO 04/014840) se usa preferentemente en esta etapa.

Los compuestos de estaño de alquilo suministrados a esta etapa se pueden suministrar a partir de una etapa de síntesis de alcóxido de estaño de alquilo al inicio de la producción o a partir de una etapa de producción de compuesto de estaño de dialquilo de la Etapa (4), que se describirá más adelante, a la Etapa (5) durante la producción continua.

En la Etapa (1), el alcóxido de estaño de dialquilo y el dióxido de carbono gaseoso mencionados anteriormente se absorben y se someten a una reacción química para obtener una mezcla que contiene una forma enlazada a dióxido de carbono del alcóxido de estaño de dialquilo. Durante esta reacción química, el alcóxido de estaño de dialquilo se hace reaccionar en una forma líquida. El alcóxido de estaño de dialquilo se pone preferentemente en forma líquida mediante calentamiento para obtener el alcóxido de estaño de dialquilo en forma líquida, en caso de que el alcóxido de estaño de dialquilo esté en forma sólida. Además, este también se puede poner en forma líquida mediante un disolvente. Aunque varía de acuerdo con la temperatura de reacción, la presión de reacción se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de presión normal a 1 MPa y más preferentemente dentro de un intervalo de presión normal a 0,6 MPa. Aunque varía de acuerdo con la presión de reacción, la temperatura de reacción se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de -40 a 80 °C y, en consideración de la fluidez durante la transferencia, más preferentemente de 0 a 80 °C y lo más preferentemente dentro de un intervalo de temperatura normal (por ejemplo, 20 °C) a 80 °C. El tiempo de reacción puede encontrarse dentro de un intervalo de varios segundos a 100 horas y, en consideración de la productividad, es preferentemente de varios minutos a 10 horas. Se puede usar un recipiente de reacción de tipo tanque o un recipiente de reacción de tipo columna para el recipiente de reacción. Además, se puede usar una pluralidad de recipientes de reacción en combinación. Puesto que la reacción es una reacción entre el gas de dióxido de carbono (gas) y una composición de alcóxido de estaño de alquilo (líquido), con el fin de llevar a cabo la reacción de manera eficaz, resulta preferible el aumento del área superficial de contacto entre el gas y el líquido mediante el aumento de la interfaz de gas-líquido. Se pueden usar los hallazgos conocidos para el método para la reacción, al tiempo que el aumento de la interfaz de gas-líquido de esta manera y los ejemplos de métodos preferibles de los mismos pueden incluir aumentar la velocidad de agitación o generar burbujas en el líquido en el caso de un recipiente de reacción de tipo tanque y usar una columna rellena o usar una columna de placa en el caso de un recipiente de reacción de tipo columna. Los ejemplos de tales recipientes de reacción de tipo columna pueden incluir los tipos de columna de placa que usan una bandeja, tal como una bandeja de burbujas, una bandeja de placa porosa, una bandeja de válvula o una bandeja de contracorriente y los tipos de columna rellena con diversos tipos de materiales de relleno, tales como un anillo Raschig, un anillo de reducción, un anillo de pértiga, una montura Berl, una montura Interlock, una envoltura Dixon, una envoltura McMahan, Helipak, una envoltura Sulzer o Mellapak. Aunque se pueden usar materiales conocidos para los materiales del recipiente de reacción y las líneas siempre que estos no tengan un efecto perjudicial, los materiales, tales como SUS304, SUS316 o SUS316L, son económicos y se pueden usar preferentemente. Los aparatos de proceso conocidos, tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un recalentador, una bomba o un condensador, se pueden añadir tal como sea necesario, un método conocido, tal como vapor o un calentador, se puede usar para el calentamiento y un método conocido, tal como enfriamiento con aire, agua de enfriamiento o salmuera, se puede usar para el enfriamiento. Puesto que la reacción normalmente es una reacción exotérmica, el recipiente de reacción se puede enfriar o este se puede enfriar mediante la disipación de calor del mismo. Como alternativa, el recipiente de reacción también se puede calentar si el fin es la combinación con una reacción de esterificación de ácido carbónico. Un método conocido, tal como un método que usa una camisa de calor o un método que usa una bobina interna, se puede usar para calentar y enfriar el recipiente de reacción. El gas de dióxido de carbono y la composición de alcóxido de estaño de alquilo suministrados al recipiente de reacción se pueden suministrar por separado al recipiente de reacción o estos se pueden mezclar antes de su suministro al recipiente de reacción. Estos componentes también se pueden suministrar a partir de una pluralidad de localizaciones en el recipiente de reacción. La finalización de la reacción se puede determinar mediante, por ejemplo, un análisis de RMN-¹¹⁹Sn.

A continuación, se obtiene un éster de ácido carbónico que contiene líquido de reacción a partir de la forma enlazada a dióxido de carbono del alcóxido de estaño de dialquilo obtenido de la manera anterior de acuerdo con el método descrito más adelante.

Aunque la temperatura de reacción se encuentra dentro de un intervalo de 110 a 200 °C y resulta preferible una alta temperatura para la temperatura de reacción con el fin de acelerar la velocidad de reacción, puesto que las reacciones no deseables, tales como la descomposición, se pueden producir a altas temperaturas, disminuyendo de este modo el rendimiento, la temperatura de reacción se encuentra más preferentemente dentro de un intervalo de 120 a 180 °C, el tiempo de reacción se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de 0,1 a 10 horas y la presión de reacción se encuentra dentro de un intervalo de 1,5 a 20 MPa y preferentemente de 2,0 a 10 MPa. La reacción se finaliza después de haberse formado el éster de ácido carbónico deseado en el recipiente de reacción. El progreso de la reacción se puede confirmar mediante, por ejemplo, el muestreo del líquido de reacción en el recipiente de reacción y el análisis del éster de ácido carbónico formado mediante un método, tal como RMN-¹H o cromatografía de gases. Por ejemplo, la reacción se puede finalizar después de haberse formado el éster de ácido carbónico en una relación molar del 10 % o más del alcóxido de estaño de dialquilo y/o la forma enlazada a dióxido de carbono del alcóxido de estaño de dialquilo contenido en el alcóxido de estaño de dialquilo y/o la forma enlazada a dióxido de carbono del alcóxido de estaño de dialquilo y, en caso de desear el aumento del rendimiento del éster de ácido carbónico, la reacción se puede finalizar después de dejar que continúe hasta que el valor alcance el 90 % o más. Se puede usar un recipiente de

- reacción conocido para el recipiente de reacción y se pueden usar preferentemente un recipiente de reacción de tipo columna o un recipiente de reacción de tipo tanque. Aunque se pueden usar materiales conocidos para los materiales del recipiente de reacción y las líneas siempre que estos no tengan un efecto perjudicial, los materiales, tales como SUS304, SUS316 o SUS316L, son económicos y se pueden usar preferentemente. Los aparatos de proceso conocidos, tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un recalentador, una bomba o un condensador, se pueden añadir tal como sea necesario, un método conocido, tal como vapor o un calentador, se puede usar para el calentamiento y un método conocido, tal como enfriamiento con aire, agua de enfriamiento o salmuera, se puede usar para el enfriamiento.
- La Etapa (2) en la presente realización es una etapa para la obtención de un líquido de residuo a partir del líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico obtenido en la Etapa (1) anterior, junto con la separación y la recuperación del éster de ácido carbónico. Un método o aparato conocido se puede usar preferentemente para el método de separación y un método preferible es la destilación.
- El éster de ácido carbónico y el líquido de residuo se obtienen mediante la destilación discontinua, semidiscontinua o continua del líquido de reacción transferido de la Etapa (1) anterior. Un ejemplo preferible de un método de destilación puede incluir suministrar el líquido de reacción a un destilador, separar el éster de ácido carbónico en forma de un componente de fase gaseosa de la parte superior del destilador fuera del sistema y extraer el líquido de residuo en forma de un componente de líquido de la parte inferior del destilador. Aunque varía de acuerdo con el punto de ebullición del éster de ácido carbónico y la presión, la temperatura en esta etapa se encuentra dentro de un intervalo de temperatura normal (por ejemplo, 20 °C) a 200 °C y, puesto que hay casos en los que se produce la desnaturalización de los compuestos de estaño en el líquido de residuo o puede disminuir la cantidad de éster de ácido carbónico debido a una reacción inversa a altas temperaturas, la temperatura de reacción se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de temperatura normal (por ejemplo, 20 °C) a 150 °C. Aunque varía de acuerdo con el tipo de éster de ácido carbónico y la temperatura a la que se lleva a cabo la reacción, la reacción se lleva a cabo, en general, a presión normal hasta condiciones de presión reducidas y, en consideración de la productividad, la presión se encuentra más preferentemente dentro de un intervalo de 100 Pa a 80 KPa y lo más preferentemente dentro de un intervalo de 100 Pa a 50 KPa. La reacción se puede llevar a cabo en un tiempo de reacción dentro de un intervalo de 0,01 a 10 horas y, puesto que hay casos en los que se desnaturalizan los compuestos de estaño contenidos en el líquido de reacción y casos en los que disminuye la cantidad de éster de ácido carbónico debido a una reacción inversa cuando se lleva a cabo la reacción durante un período de tiempo largo a altas temperaturas, el tiempo de reacción se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de 0,01 a 0,5 horas y lo más preferentemente dentro de un intervalo de 0,01 a 0,3 horas. Se puede usar un destilador conocido para el destilador, se puede usar preferentemente un destilador de tipo columna o un destilador de tipo tanque o se puede usar una pluralidad de tipos en combinación. Los ejemplos más preferibles de los destiladores pueden incluir un evaporador de película fina y un destilador de película fina y lo más preferible es un evaporador de película fina provisto de una columna de destilación o un destilador de película fina. Aunque se pueden usar materiales conocidos para los materiales del recipiente de reacción y las líneas siempre que estos no tengan un efecto perjudicial, los materiales, tales como SUS304, SUS316 o SUS316L, son económicos y se pueden usar preferentemente. Los aparatos de proceso conocidos, tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un recalentador, una bomba o un condensador, se pueden añadir tal como sea necesario, un método conocido, tal como vapor o un calentador, se puede usar para el calentamiento y un método conocido, tal como enfriamiento con aire, agua de enfriamiento o salmuera, se puede usar para el enfriamiento.
- La Etapa (3) es una etapa para la obtención de un carbonato de diarilo mediante la reacción del carbonato de dialquilo separado en la Etapa (2) y un Compuesto A de hidroxi aromático seguida de la recuperación de un alcohol de subproducto. El compuesto de hidroxi aromático, tal como se menciona en el presente documento, se refiere a un compuesto que corresponde a un compuesto R¹OH en el que se añade un átomo de hidrógeno a un grupo R¹O (en el que R¹ representa un grupo aromático, tal como se ha definido previamente, y O representa un átomo de oxígeno) que constituye el carbonato de diarilo representado mediante la Fórmula (8) anterior. Los ejemplos específicos del Compuesto A de hidroxi aromático usado preferentemente pueden incluir fenol, fenoles monosustituídos, tales como metilfenol (incluyendo isómeros), etilfenol (incluyendo isómeros), propilfenol (incluyendo isómeros), butilfenol (incluyendo isómeros), pentilfenol (incluyendo isómeros) o hexilfenol (incluyendo isómeros); fenoles disustituídos, tales como dimetilfenol (incluyendo isómeros), dietilfenol (incluyendo isómeros), dipropilfenol (incluyendo isómeros), metiletilfenol (incluyendo isómeros), metilpropilfenol (incluyendo isómeros), metilbutilfenol (incluyendo isómeros), metilpentilfenol (incluyendo isómeros), etilpropilfenol (incluyendo isómeros) o etilbutilfenol (incluyendo isómeros); fenoles trisustituídos, tales como trimetilfenol (incluyendo isómeros), trietilfenol (incluyendo isómeros), dimetiletilfenol (incluyendo isómeros), dimetilpropilfenol (incluyendo isómeros) o dimetilbutilfenol (incluyendo isómeros); y naftol (incluyendo isómeros).
- La Etapa (3) en la presente realización es una etapa para la obtención de carbonato de diarilo mediante la reacción de un componente que contiene principalmente el éster de ácido carbónico separado en la Etapa (2) y el Compuesto A de hidroxi aromático. Previamente, se han propuesto numerosos procesos para la obtención de carbonatos de alquil arilo y carbonatos de diarilo a partir de carbonatos de dialquilo y compuestos de hidroxi aromáticos y estas tecnologías se pueden aplicar preferentemente en la presente realización también.

La reacción de la Etapa (3) comprende una reacción de transesterificación entre el éster de ácido carbónico y el compuesto de hidroxí aromático y una reacción de desproporción del carbonato de dialquilo arilo obtenido en la reacción de transesterificación.

5 La reacción de transesterificación es una reacción en equilibrio y, con el fin de permitir que la reacción avance de manera ventajosa, resulta preferible llevar a cabo la reacción al tiempo que se extrae el alcohol formado mediante la eliminación en la reacción de transesterificación y, en este caso, el punto de ebullición del compuesto de hidroxí aromático usado en la Etapa (3) es preferentemente superior al punto de ebullición del alcohol de alquilo que constituye el carbonato de alquilo obtenido en la Etapa (2). En particular, en el caso de llevar a cabo las Etapas (1) a (3) de
10 manera continua mediante la repetición de una o más veces, el punto de ebullición del alcohol de alquilo es preferentemente inferior al punto de ebullición convencional del compuesto de hidroxí aromático y la diferencia entre los puntos de ebullición del mismo es preferentemente de 2 °C y más preferentemente de 10 °C, en consideración de la facilidad de separación.

15 Los ejemplos de carbonatos de dialquilo usados en la Etapa (3) pueden incluir carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo (incluyendo isómeros), carbonato de dibutilo (incluyendo isómeros), carbonato de dipentilo (incluyendo isómeros), carbonato de dihexilo (incluyendo isómeros), carbonato de diheptilo (incluyendo isómeros), carbonato de dioctilo (incluyendo isómeros), carbonato de dinonilo (incluyendo isómeros), carbonato de didecilo (incluyendo isómeros), carbonato de dicitlopentilo (incluyendo isómeros), carbonato de dicitlohexilo
20 (incluyendo isómeros), carbonato de dicitloheptilo (incluyendo isómeros), carbonato de dibencilo, carbonato de difenetilo (incluyendo isómeros), carbonato de di(fenilpropilo) (incluyendo isómeros), carbonato de di(fenilbutilo) (incluyendo isómeros), carbonato de di(clorobencilo) (incluyendo isómeros), carbonato de di(metoxibencilo) (incluyendo isómeros), carbonato de di(metoximetilo) (incluyendo isómeros), carbonato de di(metoxietilo) (incluyendo isómeros), carbonato de di(cloroetilo) (incluyendo isómeros), carbonato de di(cianoetilo) (incluyendo isómeros),
25 carbonato de metiletilo, carbonato de metilpropilo (incluyendo isómeros), carbonato de metilbutilo (incluyendo isómeros), carbonato de etilpropilo (incluyendo isómeros), carbonato de etilbutilo (incluyendo isómeros), carbonato de etileno y carbonato de propileno. El éster de ácido carbónico usado puede ser un tipo o una mezcla.

Entre estos carbonatos de dialquilo, aquellos carbonatos de dialquilo que se usan preferentemente en la presente
30 realización son alcoholes en los que el punto de ebullición convencional del alcohol que constituye el éster de ácido carbónico es superior al punto de ebullición convencional del agua en forma de alcoholes de alquilo que tienen un grupo alquilo que tiene de 4 a 12 átomos de carbono, alcoholes de alquenoilo que tienen un grupo alquenoilo lineal o ramificado que tiene de 4 a 12 átomos de carbono, alcoholes de cicloalquilo y alcoholes de aralquilo. Con el fin de dejar que la reacción llevada a cabo en la Etapa (3) avance de manera ventajosa, un alcohol que tiene un punto de ebullición convencional inferior al punto de ebullición convencional del compuesto de hidroxí aromático usado en la Etapa (3) es más preferible, en consideración de la retirada del alcohol formado en la reacción de la Etapa (3). En concreto, resulta preferible un carbonato de dialquilo que se compone de un alcohol que tiene un punto de ebullición convencional superior al punto de ebullición convencional del agua, pero inferior al punto de ebullición convencional del compuesto de hidroxí aromático.
35

40 La cantidad del compuesto de hidroxí aromático usado en la Etapa (3) puede encontrarse dentro de un intervalo de una relación estequiométrica de 0,1 a 10.000 veces la cantidad de carbonato de dialquilo separado en la Etapa (2) y usado en la Etapa (3). Puesto que la reacción de la Etapa (3) es principalmente una reacción en equilibrio, aunque resulta ventajosa una gran cantidad del compuesto de hidroxí aromático, puesto que un aumento en la cantidad usada da como resultado la necesidad de un recipiente de reacción más grande, así como una gran columna de destilación para la separación posterior del producto, la cantidad del compuesto de hidroxí aromático se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de 1 a 1.000 veces y más preferentemente dentro de un intervalo de 1 a 100 veces la cantidad del carbonato de dialquilo.
45

50 Aunque los compuestos suministrados a la Etapa (3) contienen principalmente un carbonato de dialquilo, un compuesto de hidroxí aromático y, tal como sea necesario, un catalizador, pueden estar presentes las impurezas siempre que estas no tengan un efecto particularmente perjudicial sobre la reacción.

Aunque los productos en forma de alcohol, carbonato de alquilo arilo y carbonato de diarilo pueden estar contenidos entre estas materias primas suministradas, puesto que la reacción es reversible, la velocidad de reacción de las materias primas disminuye en caso de que las concentraciones de estos productos sean excesivamente altas, haciendo de este modo esto indeseable. Aunque puede variar de acuerdo con el tipo y la cantidad de catalizador y las condiciones de reacción, la relación en peso del carbonato de dialquilo y el compuesto de hidroxí aromático suministrados, en general, es tal que el compuesto de hidroxí aromático se suministra preferentemente en una relación molar dentro de un intervalo de 0,01 a 1.000 veces el carbonato de dialquilo en las materias primas suministradas.
55
60

Aunque varía de acuerdo con las condiciones de reacción y el tipo y la estructura interna del recipiente de reacción, el tiempo de reacción de la reacción de transesterificación de la Etapa (3) es, general, de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas y más preferentemente de 0,05 a 5 horas. La temperatura de reacción se refiere a la temperatura dentro del recipiente de reacción y, aunque varía de acuerdo con los tipos de materias primas usados en forma del carbonato de dialquilo y el compuesto de hidroxí aromático, en general, se encuentre dentro de un
65

intervalo de 50 a 350 °C y preferentemente de 100 a 280 °C. Además, aunque varía de acuerdo con los tipos de compuestos de materia prima usados, la temperatura de reacción, la presión de reacción puede ser una presión disminuida, una presión normal o una presión aumentada y la reacción, en general, se lleva a cabo dentro de un intervalo de 10 Pa a 20 MPa.

5 Aunque el uso de un disolvente no se requiere de manera necesaria en la presente realización, se puede usar un disolvente inerte adecuado como disolvente de reacción con el fin de, por ejemplo, facilitar el procedimiento de reacción, cuyos ejemplos pueden incluir éteres, hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos, haluros de hidrocarburos alifáticos y haluros de hidrocarburos aromáticos. Además, un gas inerte, tal como nitrógeno, helio o argón, también puede estar presente en el sistema de reacción como sustancia inerte en la reacción y los gases inertes anteriores y los compuestos orgánicos de bajo punto de ebullición inactivos en la reacción se pueden introducir en forma gaseosa a partir de la parte inferior de una columna de destilación multifase continua con el fin de acelerar la retirada de los subproductos de bajo punto de ebullición formados mediante destilación.

15 Se puede añadir un catalizador cuando se lleva a cabo la reacción de transesterificación de la Etapa (3). Aunque el carbonato de alquil arilo y el carbonato de diarilo se obtienen a partir del éster de ácido carbónico mediante transesterificación, tal como se ha descrito previamente, puesto que el equilibrio de esta reacción de transesterificación está sesgado hacia los reactivos y puesto que la velocidad de reacción es baja, cuando se produce el carbonato de diarilo mediante este proceso, se han realizado varias propuestas para mejorar estos y se puede usar preferentemente un proceso conocido en la presente realización.

20 Aunque varía de acuerdo con el tipo de catalizador usado, el tipo de recipiente de reacción, los tipos y la relación en peso del éster de ácido carbónico y el compuesto de hidroxí aromático y las condiciones de reacción, tales como la temperatura de reacción y la presión de reacción, la cantidad de catalizador en el caso de usar un catalizador en la presente realización es, en general, del 0,0001 al 50 % en peso, cuando se expresa como la relación respecto a la cantidad total de materias primas suministradas en forma del éster de ácido carbónico y el compuesto de hidroxí aromático. Además, en el caso de usar un catalizador sólido, el catalizador se usa preferentemente en una cantidad del 0,01 al 75 % en volumen basándose en el volumen de la columna vacía del recipiente de reacción.

30 Se conocen numerosos catalizadores que contienen metal en las propuestas relacionadas con los catalizadores para el aumento de la velocidad de reacción y también se pueden usar catalizadores de reacción de transesterificación conocidos en la presente realización. En un proceso para la producción de carbonato de alquil arilo y/o una mezcla de carbonato de alquil arilo y carbonato de diarilo mediante la reacción de los ésteres de ácido carbónico y los compuestos de hidroxí aromáticos, los ácidos de Lewis, tales como los hidruros de metales de transición o los compuestos que purifican los ácidos de Lewis, los compuestos de estaño, tales como los alcóxidos de estaño orgánicos o los óxidos de estaño orgánicos, las sales y los alcóxidos de metales alcalinotérreos o los metales alcalinos, los compuestos de plomo, los complejos de metales, tales como aquellos de cobre, hierro o circonio, los ésteres de ácidos titánicos, mezclas de ácidos de Lewis y ácidos próticos, los compuestos de Sc, Mo, Mn, Bi o Te y el acetato férrico se han propuesto como ejemplos de tales catalizadores. Aunque la formación de carbonato de diarilo se puede producir mediante la reacción de transesterificación únicamente, este también se forma mediante una reacción de desproporción del carbonato de alquil arilo formado en la reacción de transesterificación. En el presente documento, una reacción de desproporción se refiere a una reacción en la que se forman carbonato de dialquilo y carbonato de diarilo a partir de dos moléculas de carbonato de alquil arilo. Aunque el carbonato de alquil arilo reacciona, adicionalmente, con el compuesto de hidroxí aromático para convertirse en un carbonato de diarilo, puesto que la reacción de desproporción es más rápida, en el caso de desear obtener un carbonato de diarilo, el carbonato de diarilo se obtiene mediante la desproporción del carbonato de alquil arilo. Ambas de estas reacciones son reacciones en equilibrio. Resulta ventajoso dejar que la reacción avance mientras se extrae el alcohol de alquilo en la reacción de transesterificación para la producción de carbonato de alquil arilo y resulta ventajoso dejar que la reacción avance mientras se extrae el carbonato de dialquilo en la etapa de desproporción. Por tanto, las condiciones de reacción preferibles difieren en cada fase. Aunque resulta necesario llevar a cabo la reacción mediante su división en dos fases en el caso de llevar a cabo la reacción de manera continua, en el caso de llevar a cabo la reacción en lotes, la reacción también se puede llevar a cabo por secuencias dentro del mismo recipiente de reacción.

55 Por tanto, un catalizador que cataliza la reacción de desproporción también puede estar presente con el catalizador de transesterificación descrito previamente. Se han propuesto numerosos ejemplos de tales catalizadores, cuyos ejemplos pueden incluir ácidos de Lewis y compuestos de metales de transición capaces de generar ácidos de Lewis, compuestos de estaño poliméricos, compuestos representados mediante la Fórmula general $R-X(=O)OH$ (en la que X se selecciona del grupo que consiste en Sn y Ti, mientras que R se selecciona del grupo que consiste en grupos hidrocarburos monovalentes), mezclas de ácidos de Lewis y ácidos próticos, catalizadores de plomo, compuestos de titanio y circonio, compuestos de estaño y compuestos de Sc, Mo, Mn, Bi o Te.

60 La etapa de desproporción es una etapa en la que se obtienen el carbonato de dialquilo y el carbonato de diarilo mediante la desproporción del carbonato de alquil arilo obtenido en la etapa de transesterificación. Tal como se ha descrito previamente, se puede añadir un catalizador de desproporción cuando se lleva a cabo la reacción de transesterificación para llevar a cabo la reacción de transesterificación y la reacción de desproporción de manera simultánea o la reacción de transesterificación y la reacción de desproporción se pueden llevar a cabo por separado y

de manera continua o en lotes. Además, aunque existen casos en los que se obtiene carbonato de diarilo de manera simultánea al carbonato de alquil arilo en la reacción de transesterificación, así como en el caso de llevar a cabo la reacción de transesterificación y la reacción de desproporción por separado, en este caso también, la reacción de desproporción se puede llevar a cabo tal como es. Tal como se ha indicado previamente, la reacción de desproporción es una etapa en la que se obtiene carbonato de alquil arilo mediante una reacción de transesterificación entre el carbonato de dialquilo y el compuesto de hidroxí aromático y, con el fin de dejar que esta reacción en equilibrio avance de manera ventajosa, resulta ventajoso el empleo de un método que permita que la reacción avance mientras se extrae el alcohol. Puesto que la reacción de desproporción también se somete a la restricción del equilibrio, si se intenta dejar que la reacción avance de manera ventajosa, resulta ventajoso un método que permita que la reacción avance mientras se extrae el carbonato de dialquilo o el carbonato de diarilo formados en la reacción de desproporción fuera del sistema. En la presente realización, resulta preferible llevar a cabo la reacción de desproporción mientras se extrae el carbonato de dialquilo fuera del sistema mediante la selección de los respectivos grupos alcoxi y grupos arilo, de manera que el carbonato de dialquilo de los productos hierva a una temperatura inferior a la del carbonato de diarilo. El carbonato de dialquilo extraído se puede usar mediante el regreso a una etapa anterior a la reacción de desproporción. Si ha de aumentarse la cantidad de carbonato de diarilo producido, resulta preferible usar el carbonato de dialquilo extraído mediante el regreso a la etapa de transesterificación.

Se puede usar un catalizador de una reacción de transesterificación en la reacción de desproporción. Se han propuesto numerosos ejemplos de tales catalizadores. Los ejemplos de tales catalizadores que se han propuesto pueden incluir ácidos de Lewis y compuestos de metales de transición capaces de generar ácidos de Lewis, compuestos de estaño poliméricos, compuestos representados mediante la Fórmula general $R-X(=O)OH$ (en la que X se selecciona del grupo que consiste en Sn y Ti, mientras que R se selecciona del grupo que consiste en grupos hidrocarburos monovalentes), mezclas de ácidos de Lewis y ácidos próticos, catalizadores de plomo, compuestos de titanio y circonio, compuestos de estaño y compuestos de Sc, Mo, Mn, Bi o Te.

Se pueden usar los mismos catalizadores que los catalizadores de transesterificación usados en la etapa de transesterificación para el catalizador de reacción de desproporción en la presente realización.

El carbonato de alquil arilo usado en la etapa de desproporción es un éster de ácido alquil aril carbónico. Los ejemplos de carbonatos de alquil arilo pueden incluir carbonato de metilfenilo, carbonato de etilfenilo, carbonato de propilfenilo (incluyendo isómeros), carbonato de butilfenilo (incluyendo isómeros), carbonato de alilfenilo (incluyendo isómeros), carbonato de pentilfenilo (incluyendo isómeros), carbonato de hexilfenilo (incluyendo isómeros), carbonato de heptilfenilo (incluyendo isómeros), carbonato de octilfenilo (incluyendo isómeros), carbonato de nonil (etilfenilo) (incluyendo isómeros), carbonato de decil (butilfenilo) (incluyendo isómeros), carbonato de metiltolilo (incluyendo isómeros), carbonato de etiltolilo (incluyendo isómeros), carbonato de propiltolilo (incluyendo isómeros), carbonato de butiltolilo (incluyendo isómeros), carbonato de aliltolilo (incluyendo isómeros), carbonato de metilxililo (incluyendo isómeros), carbonato de metil (trimetilfenilo) (incluyendo isómeros), carbonato de metil (clorofenilo) (incluyendo isómeros), carbonato de metil (nitrofenilo) (incluyendo isómeros), carbonato de metil (metoxifenilo) (incluyendo isómeros), carbonato de metil (piridilo) (incluyendo isómeros), carbonato de etilcumilo (incluyendo isómeros), carbonato de metil (benzoilfenilo) (incluyendo isómeros), carbonato de etilxililo (incluyendo isómeros) y carbonato de bencilxililo (incluyendo isómeros). Estos carbonatos de alquil arilo pueden ser de un tipo o una mezcla de dos o más tipos.

Entre estos carbonatos de alquil arilo, aquellos que se usan preferentemente en la presente realización son aquellos en los que el alcohol que constituye el carbonato de alquil arilo es un alcohol que tiene un punto de ebullición superior al del agua, el punto de ebullición del alcohol que constituye el carbonato de alquil arilo es inferior al punto de ebullición del compuesto de hidroxí aromático que constituye el carbonato de alquil arilo, se selecciona de, por ejemplo, alcoholes de alquilo que tienen un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 4 a 12 átomos de carbono, alcoholes de alqueno que tienen un grupo alqueno lineal o ramificado que tiene de 4 a 12 átomos de carbono, alcoholes de cicloalquilo y alcoholes de aralquilo y, cuando se considera la retirada del carbonato de dialquilo formado en la reacción de desproporción, resulta preferible un carbonato de dialquilo que tenga un punto de ebullición inferior al del carbonato de diarilo obtenido en la reacción de desproporción que permita que la reacción de desproporción avance de manera ventajosa. Como ejemplos de tales combinaciones óptimas, el alcohol, el alcohol que corresponde al grupo alcoxi de un compuesto de metal que tiene un enlace de metal-carbono-oxígeno representado mediante las Fórmulas (9) y (10) mencionadas previamente y el alcohol que constituye el carbonato de dialquilo son alcoholes seleccionados del grupo que consiste en pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros) y heptanol (incluyendo isómeros), mientras que el compuesto de hidroxí aromático es un compuesto de hidroxí aromático seleccionado de fenol y cresol.

Aunque los compuestos suministrados a la reacción de desproporción contienen principalmente carbonato de alquil arilo y un catalizador, tal como sea necesario, también pueden estar presentes las impurezas siempre que estas no tengan un efecto particularmente perjudicial sobre la reacción.

Aunque varía de acuerdo con el tipo de catalizador usado, el tipo de recipiente de reacción, el tipo y la cantidad del carbonato de alquil arilo y las condiciones de reacción, tales como la temperatura de reacción y la presión de reacción, la cantidad del catalizador en el caso de usar un catalizador en la presente realización es, en general, del 0,0001 al 50 % en peso, cuando se expresa como la relación respecto a la cantidad total de materias primas suministradas en

forma del carbonato de alquil arilo. Además, en el caso de usar un catalizador sólido, el catalizador se usa preferentemente en una cantidad del 0,01 al 75 % en volumen basándose en el volumen de la columna vacía del recipiente de reacción.

5 Aunque el alcohol, el compuesto de hidroxilo aromático y el carbonato de diarilo pueden estar contenidos entre estas materias primas suministradas, puesto que la reacción es reversible, la velocidad de reacción de las materias primas disminuye en caso de que las concentraciones de estos componentes sean excesivamente altas, haciendo de este modo esto indeseable.

10 Aunque varía de acuerdo con las condiciones de reacción y el tipo y la estructura interna del recipiente de reacción, el tiempo de reacción de la reacción de desproporción es, en general, de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas y más preferentemente de 0,05 a 5 horas. Aunque varía de acuerdo con el tipo de carbonato de alquil arilo usado, la temperatura de reacción se encuentra, en general, dentro de un intervalo de 50 a 350 °C y preferentemente de 100 a 280 °C. Además, aunque varía de acuerdo con los tipos de compuestos de materia prima usados, la temperatura de reacción, la presión de reacción puede ser una presión disminuida, una presión normal o una presión aumentada y la reacción, en general, se lleva a cabo dentro de un intervalo de 10 Pa a 20 MPa.

15 Aunque el uso de un disolvente no se requiere de manera necesaria en la etapa de desproporción de la presente realización, se puede usar un disolvente inerte adecuado como disolvente de reacción con el fin de, por ejemplo, facilitar el procedimiento de reacción, cuyos ejemplos pueden incluir éteres, hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos, haluros de hidrocarburos alifáticos y haluros de hidrocarburos aromáticos. Además, un gas inerte, tal como nitrógeno, helio o argón, también puede estar presente en el sistema de reacción como sustancia inerte en la reacción y los gases inertes anteriores y los compuestos orgánicos de bajo punto de ebullición inactivos en la reacción se pueden introducir en forma gaseosa a partir de la parte inferior de una columna de destilación multifase continua con el fin de acelerar la destilación de los subproductos de bajo punto de ebullición formados.

Después de finalizar la reacción de desproporción, el carbonato de diarilo se obtiene mediante la retirada del catalizador, el carbonato de alquil arilo, el compuesto de hidroxilo aromático y el alcohol mediante métodos conocidos.

30 No existe ninguna limitación particular sobre el tipo de recipiente de reacción usado en las etapas de transesterificación y desproporción y se usan diversos métodos conocidos, cuyos ejemplos pueden incluir los tipos que usan un tanque de agitación, un tanque de agitación multifase o una columna de destilación multifase y combinaciones de los mismos. Se pueden usar los recipientes de reacción de tipo discontinuo o de tipo continuo para estos recipientes de reacción. Los métodos que usan una columna de destilación multifase resultan preferibles desde el punto de vista del desplazamiento de manera eficaz del equilibrio hacia el lado de los productos y resulta particularmente preferible un método continuo que use una columna de destilación multifase. Una columna de destilación multifase se refiere a una columna de destilación que tiene múltiples fases en la que el número de placas de destilación teóricas es 2 o más y se puede usar cualquier columna de destilación multifase a condición de que permita una destilación continua. Se puede usar cualquier columna de destilación multifase para la columna de destilación multifase a condición de que se use habitualmente como columna de destilación multifase, cuyos ejemplos pueden incluir los tipos de columna que usan una bandeja de burbujas, una bandeja de placa porosa, una bandeja de válvula o una bandeja de contracorriente y los tipos de columna rellena con diversos tipos de materiales de relleno, tales como un anillo Raschig, un anillo de reducción, un anillo de pértiga, una montura Berl, una montura Interlock, una envoltura Dixon, una envoltura McMahon, Helipak, una envoltura Sulzer o Mellapak. Además, también se usa preferentemente una combinación de tipos de columnas rellenas de bandeja que combina una parte de bandeja con una parte rellena con un material de relleno. En el caso de llevar a cabo un método continuo que usa una columna de destilación multifase, las sustancias de partida y los reactivos se suministran de manera continua a una columna de destilación multifase continua y, de manera simultánea a la realización de la reacción de transesterificación y/o reacción de desproporción entre ambas sustancias en la fase líquida o la fase gaseosa-líquida en presencia de un catalizador que contiene metal dentro de la columna de destilación, se extrae una mezcla de reacción de alto punto de ebullición que contiene el carbonato de alquil arilo y/o el carbonato de diarilo producidos en forma líquida a partir de la parte inferior de la columna de destilación, al tiempo que se extrae de manera continua una mezcla de reacción de bajo punto de ebullición que contiene los subproductos formados en un estado gaseoso a partir de la parte superior de la columna de destilación mediante destilación, dando como resultado de este modo la producción de carbonato de diarilo.

55 Aunque la descripción anterior ha indicado un ejemplo de producción de carbonato de dialquilo y carbonato de diarilo usando un compuesto de estaño de dialquilo, se pueden llevar a cabo las siguientes Etapas (4) y (5), además de las Etapas (1) a (3) mencionadas anteriormente, comprendiendo las Etapas (4) y (5) las etapas de:

60 Etapa (4): formar un compuesto de estaño orgánico que tiene un enlace de estaño-oxígeno-carbono y agua mediante la reacción del líquido de residuo obtenido en la Etapa (2) con un alcohol, seguida de la retirada del agua del sistema de reacción; y

Etapa (5): reutilizar el compuesto de estaño orgánico que tiene el enlace de estaño-oxígeno-carbono obtenido en la Etapa (4) como el compuesto de estaño orgánico que tiene el enlace de estaño-oxígeno-carbono de la Etapa (1).

65 La Etapa (4) es una etapa para la regeneración de un compuesto de estaño de dialquilo mediante la reacción del

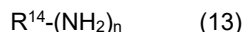
residuo de destilación obtenido en la Etapa (2) con un alcohol.

Los ejemplos de alcoholes usados en esta etapa pueden incluir alcoholes, tales como metanol, etanol, propanol (incluyendo isómeros), butanol (incluyendo isómeros), pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros), heptanol (incluyendo isómeros), octanol (incluyendo isómeros), nonanol (incluyendo isómeros) o decanol (incluyendo isómeros) y, aunque se usa preferentemente un alcohol en el que el número de átomos de carbono que constituyen el alcohol es un número seleccionado del grupo que consiste en números enteros de 1 a 12, se usa más preferentemente un alcohol que es el mismo que el alcohol usado en la etapa de síntesis de alcóxido de estaño de alquilo descrita previamente.

Las condiciones de la reacción de deshidratación son preferentemente las mismas que las condiciones de la etapa de síntesis de alcóxido de estaño de alquilo mencionada anteriormente. La reacción se puede finalizar una vez que se ha obtenido la composición de alcóxido de estaño de alquilo deseada. El progreso de la reacción también se determina mediante la medición de la cantidad de agua extraída fuera del sistema y también se puede determinar mediante un método que usa RMN-¹¹⁹Sn mediante el muestreo del líquido de reacción. Con el fin de producir la mezcla de la presente realización en la Etapa (1), la reacción se finaliza después de la confirmación de la obtención de una composición, en la que la relación molar del diestannoxano de tetraalquil dialcoxi y el dialcóxido de estaño de dialquilo contenido en la composición de alcóxido de estaño de alquilo obtenida en la reacción anterior, cuando se expresa como la relación molar combinada de ambos, se encuentra dentro de un intervalo de 0:100 a 80:20 y más preferentemente dentro de un intervalo de 10:90 a 70:30. El alcohol usado se puede usar mientras todavía está presente en el sistema de reacción y el alcohol también se puede usar mediante la retirada por destilación del alcohol, dependiendo del caso. Puesto que existe la ventaja de poderse reducir el tamaño de los recipientes de reacción de las otras etapas, resulta preferible la retirada de la mayor cantidad posible de alcohol. La retirada mediante la destilación conocida resulta preferible para el método de retirada y el equipo de destilación conocido se puede usar para el destilador usado para la destilación. Un aparato de destilación de película fina se usa preferentemente para el aparato de destilación, puesto que el alcohol se puede retirar en un período de tiempo corto. A diferencia de la etapa de síntesis de alcóxido de estaño de alquilo, puesto que el óxido de estaño de dialquilo normalmente en un estado sólido no se usa en esta etapa, existen pocas restricciones sobre el recipiente de reacción. En concreto, no existe ninguna limitación particular sobre el tipo de recipiente de reacción de la reacción de deshidratación y se puede usar un recipiente de reacción de tipo tanque o de tipo columna conocido. Una mezcla de reacción de bajo punto de ebullición que contiene agua se extrae en forma gaseosa del recipiente de reacción mediante destilación, al tiempo que se extrae una mezcla de reacción de alto punto de ebullición que contiene un alcóxido de estaño de alquilo o una mezcla de alcóxido de estaño de alquilo producidos en forma de un líquido a partir de la parte inferior del recipiente de reacción. Se usan diversos métodos conocidos para tal recipiente de reacción, cuyos ejemplos pueden incluir los tipos que usan recipientes de reacción que contienen un tanque de agitación, un tanque de agitación multifase, una columna de destilación, una columna de destilación multifase, un reactor multitubular, una columna de destilación multifase continua, una columna rellena, un evaporador de película fina, un reactor provisto de un soporte interior, un reactor de circulación forzada, un evaporador de película descendente, un evaporador de goteo descendente, un reactor de flujo percolador o una columna de burbuja y los tipos que usan combinaciones de los mismos. Los métodos que usan un reactor de columna son preferibles desde el punto de vista del desplazamiento de manera eficaz del equilibrio hacia el lado de los productos, mientras que una estructura que tiene un gran área de contacto de gas-líquido es preferible por ser capaz de transferir rápidamente el agua formada a la fase gaseosa. Los métodos continuos que usan un reactor multitubular, una columna de destilación multifase o una columna rellena con un relleno resultan particularmente preferibles. Aunque se pueden usar materiales conocidos para los materiales del recipiente de reacción y las líneas siempre que estos no tengan un efecto perjudicial, los materiales, tales como SUS304, SUS316 o SUS316L, son económicos y se pueden usar preferentemente. Los aparatos de proceso conocidos, tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un recalentador, una bomba o un condensador, se pueden añadir tal como sea necesario, un método conocido, tal como vapor o un calentador, se puede usar para el calentamiento y un método conocido, tal como enfriamiento con aire, agua de enfriamiento o salmuera, se puede usar para el enfriamiento.

El compuesto de estaño de dialquilo producido en la Etapa (4), tal como se ha descrito anteriormente, se reutiliza en forma del compuesto de estaño de dialquilo usado en la Etapa (1), de acuerdo con la siguiente Etapa (5) (etapa de reciclado), en la que el compuesto de estaño orgánico que tiene el enlace de estaño-oxígeno-carbono obtenido en la Etapa (4) se reutiliza como el compuesto de estaño orgánico que tiene un enlace de estaño-oxígeno-carbono de la Etapa (1).

Un compuesto de amina representado mediante la siguiente Fórmula (13) se usa para el compuesto de amina usado en el proceso de producción de la presente realización:



(en la que R¹⁴ representa un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, conteniendo el grupo anterior un átomo seleccionado de átomos de carbono y oxígeno y teniendo una valencia igual a n, y n representa un número entero de 1 a 10).

En la Fórmula (13) anterior, se usa preferentemente un compuesto de poliamina en el que n es de 1 a 3, al tiempo que se usa más preferentemente un compuesto de poliamina en el que n es 2.

Los ejemplos de tales compuestos de poliamina pueden incluir diaminas alifáticas, tales como hexametileno diamina, 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina) (incluyendo isómeros), ciclohexano diamina (incluyendo isómeros) o 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexil amina (incluyendo isómeros); y diaminas aromáticas, tales como fenileno diamina (incluyendo isómeros), tolueno diamina (incluyendo isómeros) o 4,4'-metileno-bis(anilina) (incluyendo isómeros). Entre estas, las diaminas alifáticas, tales como hexametileno diamina, 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina) (incluyendo isómeros), ciclohexano diamina (incluyendo isómeros) o 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexil amina (incluyendo isómeros), se usan preferentemente, mientras que la hexametileno diamina, 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina) y 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexil amina se usan más preferentemente.

El compuesto de amina se suministra preferentemente en un estado líquido al recipiente de reacción en el que se lleva a cabo la producción de éster de ácido carbámico. En general, el compuesto de amina, tal como se ha ejemplificado anteriormente, con frecuencia es un sólido a temperatura normal (por ejemplo, 20 °C) y, en tales casos, aunque el compuesto de amina se puede suministrar en un estado líquido mediante su calentamiento a una temperatura igual a o superior al punto de fusión del compuesto de amina, si el compuesto de amina se suministra a una temperatura excesivamente alta, puesto que existen casos en los que se pueden producir reacciones secundarias, tales como las reacciones de desnaturalización térmica, causadas mediante el calentamiento, el compuesto de amina se suministra preferentemente en un estado líquido a una temperatura comparativamente baja en forma de una mezcla con un alcohol, agua o éster de ácido carbónico.

Aunque varían de acuerdo con los compuestos reaccionados, las condiciones de reacción en las que se lleva a cabo la reacción entre el éster de ácido carbónico y el compuesto de amina son tales que la relación estequiométrica del éster de ácido carbónico respecto a los grupos amino del compuesto de amina se encuentra dentro de un intervalo de 1,1 a 1.000 veces y, aunque el éster de ácido carbónico es preferentemente superior con respecto a los grupos amino del compuesto de amina con el fin de finalizar la reacción rápidamente mediante el aumento de la velocidad de reacción, en consideración del tamaño del recipiente de reacción, la relación estequiométrica se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de 2 a 100 veces y más preferentemente dentro de un intervalo de 2,5 a 30 veces. La temperatura de reacción se encuentra, en general, dentro de un intervalo de temperatura normal (por ejemplo, 20 °C) a 200 °C. Aunque resulta preferible una temperatura alta para el aumento de la velocidad de reacción, por otro lado, puesto que también se producen reacciones no deseables a altas temperaturas, la temperatura de reacción se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de 50 a 150 °C. Se puede instalar un aparato de enfriamiento o un aparato de calentamiento conocido en el recipiente de reacción para mantener una temperatura de reacción constante. Además, aunque varía de acuerdo con los tipos de compuestos usados y la temperatura de reacción, la presión de reacción puede ser una presión disminuida, una presión normal o una presión aumentada y la reacción, en general, se lleva a cabo dentro de un intervalo de 20 a 1×10^6 Pa. No existe ninguna limitación particular sobre el tiempo de reacción (el tiempo de residencia en el caso de un proceso continuo) y, en general, es de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas y más preferentemente de 0,1 a 5 horas. Además, la reacción también se puede finalizar mediante la confirmación de que se ha formado una cantidad deseada de éster de ácido carbámico mediante, por ejemplo, cromatografía líquida después del muestreo del líquido de reacción. En la presente realización, se puede usar un catalizador tal como sea necesario y los ejemplos de catalizadores que se pueden usar pueden incluir compuestos de metales orgánicos y compuestos de metales inorgánicos de estaño, plomo, cobre o titanio y catalizadores básicos, tales como alcoholatos de metales alcalinos o metales alcalinotérreos en forma de metilatos, etilatos y butiratos (incluyendo isómeros) de litio, sodio, potasio, calcio o bario. Aunque no se requiere de manera necesaria el uso de un disolvente de reacción en la presente realización, se usa preferentemente un disolvente adecuado como disolvente de reacción con el fin de facilitar el procedimiento de reacción, cuyos ejemplos pueden incluir alcanos, tales como hexano (incluyendo isómeros), heptano (incluyendo isómeros), octano (incluyendo isómeros), nonano (incluyendo isómeros) o decano (incluyendo isómeros); hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos aromáticos sustituidos con alquilo, tales como benceno, tolueno, xileno (incluyendo isómeros), etil benceno, diisopropil benceno (incluyendo isómeros), dibutil benceno (incluyendo isómeros) o naftaleno; alcoholes, tales como metanol, etanol, propanol (incluyendo isómeros), butanol (incluyendo isómeros), pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros), heptanol (incluyendo isómeros), octanol (incluyendo isómeros) o nonanol (incluyendo isómeros); compuestos aromáticos sustituidos con un grupo halógeno o nitro, tales como clorobenceno, diclorobenceno (incluyendo isómeros), bromobenceno, dibromobenceno (incluyendo isómeros), cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno o nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburos policíclicos, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenilo metano, terfenilo, antraceno o dibencil tolueno (incluyendo isómeros); compuestos de hidroxilo aromáticos, tales como fenol, metilfenol (incluyendo isómeros), etilfenol (incluyendo isómeros), butilfenol (incluyendo isómeros), pentilfenol (incluyendo isómeros), dimetilfenol (incluyendo isómeros), dietilfenol (incluyendo isómeros), dibutilfenol (incluyendo isómeros) o dipentilfenol (incluyendo isómeros); hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; alcoholes alicíclicos, tales como ciclohexanol, ciclopentanol o ciclooctanol; cetonas, tales como metil etil cetona o acetofenona; ésteres, tales como dibutil ftalato, dihexil ftalato, dioctil ftalato o bencilbutil ftalato; éteres y tioéteres, tales como difenil éter o difenil sulfuro; y sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido. Estos disolventes se pueden usar solos o se pueden usar dos o más tipos como mezcla. Además, el éster de ácido carbónico usado en exceso con respecto a los grupos amino del compuesto de amina también se usa preferentemente como disolvente en la reacción.

No existe ninguna limitación particular sobre el aparato de reacción usado cuando se lleva a cabo esta reacción y se puede usar un recipiente de reacción conocido. Por ejemplo, se pueden combinar de manera adecuada los recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un recipiente de reacción de tipo columna, una columna de destilación, una columna rellena o un destilador de película fina. No existe ninguna limitación particular sobre el material del recipiente de reacción y se pueden usar materiales conocidos, cuyos ejemplos pueden incluir vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales de base recubiertos de vidrio y materiales recubiertos de Teflon (marca registrada).

<Retirada del compuesto de hidroxí>

El líquido de reacción que contiene éster de ácido carbámico producido mediante la reacción con éster de ácido carbónico y compuesto de amina, tal como se ha indicado anteriormente, se puede suministrar directamente al recipiente de reacción en el que se lleva a cabo la descomposición térmica del éster de ácido carbámico (en lo sucesivo en el presente documento denominado "recipiente de reacción de descomposición térmica") o se puede suministrar al recipiente de reacción de descomposición térmica después de haberse purificado el éster de ácido carbámico a partir del líquido de reacción. Sin embargo, puesto que el isocianato formado mediante la descomposición térmica del éster de ácido carbámico forma éster de ácido carbámico mediante la reacción con un compuesto de hidroxí (alcohol y/o compuesto de hidroxí aromático), con el fin de aumentar la eficacia de reacción de la reacción de descomposición térmica, resulta preferible retirar el compuesto de hidroxí (alcohol y/o compuesto de hidroxí aromático) del líquido de reacción antes de llevar a cabo la reacción de descomposición térmica.

En la presente realización, el éster de ácido carbámico se puede purificar y suministrar al recipiente de reacción de descomposición térmica mediante un método conocido, tal como un método en el que se destila un componente de bajo punto de ebullición, tal como el disolvente de reacción, del líquido de reacción mediante destilación, en el caso de usar un compuesto de hidroxí y/o éster de ácido carbónico y/o disolvente de reacción, un método en el que se limpia el éster de ácido carbámico mediante un disolvente que es inerte y tiene baja solubilidad en el éster de ácido carbámico o un método que implica la purificación mediante cristalización. Entre estos métodos, se lleva a cabo preferentemente un método en el que un componente de bajo punto de ebullición, tal como el disolvente de reacción, se retira por destilación mediante destilación, en el caso de usar un compuesto de hidroxí y/o éster de ácido carbónico y/o disolvente de reacción, en consideración de la facilidad del procedimiento y así sucesivamente.

Se puede usar un aparato de destilación conocido para el aparato para la separación del compuesto de hidroxí y el éster de ácido carbónico del líquido de reacción mediante destilación. Por ejemplo, los métodos que usan un aparato, tal como una columna de destilación, una columna de destilación multifase, un reactor multitubular, una columna de destilación multifase continua, una columna rellena, un evaporador de película fina, un evaporador de película descendente o un evaporador de goteo descendente, y los métodos que usan una combinación de los mismos se usan. Aunque varían de acuerdo con los tipos de los compuestos contenidos en el líquido de reacción, las condiciones en las que se lleva a cabo la separación por destilación son tales que la temperatura se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de temperatura normal (por ejemplo, 20 °C) a 180 °C y, puesto que hay casos en los que las reacciones no deseables se producen a altas temperaturas, la temperatura se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de 50 a 150 °C. Se puede instalar un aparato de enfriamiento o un aparato de calentamiento conocido en el recipiente de reacción para mantener una temperatura constante. Además, aunque varía de acuerdo con los tipos de los compuestos contenidos en el líquido de reacción y la temperatura, la presión puede ser una presión disminuida, una presión normal o una presión aumentada y la separación por destilación se lleva a cabo normalmente dentro de un intervalo de 20 a 1×10^6 Pa. En el caso de llevar a cabo el procedimiento durante un período de tiempo largo a altas temperaturas, en particular, en el caso de la separación por destilación, puesto que el éster de ácido carbámico contenido en el líquido de reacción se puede someter a desnaturalización térmica, lo que da como resultado una disminución en el rendimiento del éster de ácido carbámico, la separación por destilación se lleva a cabo a una presión reducida y a una presión que es lo más cercana posible al grado de despresurización que se puede lograr con el aparato de destilación y se selecciona preferentemente una temperatura que se encuentra dentro de un intervalo de temperaturas adecuado para la retirada por destilación del compuesto que se desea retirar del líquido de reacción en la fase gaseosa y es lo más baja posible dentro del intervalo de temperatura que permite que el éster de ácido carbámico, o una mezcla que contiene el éster de ácido carbámico después de la separación por destilación, que esté presente en forma de líquido. Aunque el objetivo primario de la separación por destilación es separar el compuesto de hidroxí (alcohol y/o compuesto de hidroxí aromático) del líquido de reacción, en el caso de usar el éster de ácido carbónico y el disolvente de reacción contenidos en el líquido de reacción, resulta preferible separar también el disolvente de reacción. Si la reacción de descomposición térmica descrita posteriormente se lleva a cabo mientras que todavía están contenidos el éster de ácido carbónico y/o el disolvente de reacción en el líquido de reacción, se requiere una etapa para la separación del isocianato o compuesto de hidroxí formados, lo que da como resultado de este modo un procedimiento complejo.

El compuesto de hidroxí y/o el éster de ácido carbónico separados y recuperados en la reacción y un disolvente, en caso de que el líquido de reacción contenga un disolvente, se reutilizan, cada uno, preferentemente. El compuesto de hidroxí se reutiliza como compuesto de hidroxí (alcohol y/o compuesto de hidroxí aromático) en la etapa de producción de éster de ácido carbónico, el éster de ácido carbónico se reutiliza como éster de ácido carbónico en la producción de éster de ácido carbámico y el disolvente se reutiliza como disolvente en la producción de éster de ácido carbámico.

En caso de que se use un catalizador en la producción de éster de ácido carbámico y un catalizador o residuo de catalizador esté contenido en el líquido de reacción, el catalizador contenido en el líquido de reacción o éster de ácido carbámico se puede usar directamente como catalizador para la reacción de descomposición térmica o el catalizador se puede retirar del líquido de reacción o éster de ácido carbámico. En el caso de usar un catalizador básico, en particular, puesto que las reacciones atribuibles al catalizador se pueden producir durante la reacción de descomposición térmica, lo que causa una disminución en el rendimiento, resulta preferible en tales casos llevar a cabo la reacción de descomposición térmica después de retirar, en primer lugar, el catalizador. Se pueden usar métodos conocidos para retirar el catalizador. Un ejemplo que se mantiene preferible para la retirada del catalizador puede implicar la neutralización mediante el tratamiento con un ácido orgánico o ácido inorgánico en una fase homogénea o fase heterogénea. Un ácido mono o dicarboxílico, un alquil o aril sulfonato o fosfato, una resina de intercambio iónico o un carbón activado se usan para retirar el catalizador. El catalizador se retira dentro de un intervalo de temperatura normal (por ejemplo, 20 °C) a 180 °C, puesto que el éster de ácido carbámico puede solidificarse a bajas temperaturas, al tiempo que se puede producir la desnaturalización térmica a altas temperaturas. Preferentemente, la retirada del catalizador se lleva a cabo a continuación después de haberse llevado a cabo la etapa para la producción de éster de ácido carbámico, al tiempo que se mantiene la temperatura a una temperatura a la que el éster de ácido carbámico formado no se precipita del líquido de reacción de la etapa de producción de éster de ácido carbámico. En el caso de separar el disolvente y/o compuesto de hidroxilo y/o éster de ácido carbámico del líquido de reacción de la etapa de producción de éster de ácido carbámico, el procedimiento de separación descrito previamente se lleva a cabo preferentemente después de haberse retirado el catalizador del líquido de reacción.

<Transferencia del éster de ácido carbámico>

El reactivo que contiene el éster de ácido carbámico producido de acuerdo con la reacción entre el éster de ácido carbámico y el compuesto de amina (en lo sucesivo en el presente documento denominado "reactivo") o una mezcla que contiene el éster de ácido carbámico en la que el compuesto de hidroxilo se ha retirado del líquido de reacción de acuerdo con el método descrito anteriormente (en lo sucesivo en el presente documento denominado "líquido de residuo") se suministra a un recipiente de reacción de descomposición térmica.

Puesto que los ésteres de ácido carbámico forman fácilmente enlaces de hidrógeno entre las moléculas mediante los grupos éster que constituyen el éster de ácido carbámico, estos, con frecuencia, tienen un alto punto de fundición. En la transferencia de los ésteres de ácido carbámico que tienen un alto punto de fundición, el éster de ácido carbámico se transfiere después de haberse convertido en un vehículo mediante, por ejemplo, la trituración o conformación hasta dar pellas o el éster de ácido carbámico se calienta a una temperatura superior al punto de fundición del mismo y se transfiere en un estado líquido. Sin embargo, en el caso de transferir el éster de ácido carbámico sólido que se ha convertido en un vehículo, con frecuencia existe la necesidad de un aparato complejo que garantice una transferencia estable de una cantidad fija de éster de ácido carbámico o la necesidad de un proceso para el mantenimiento de la forma del éster de ácido carbámico dentro de un intervalo determinado en casos de riesgo de obstrucción de la línea de transferencia o las fluctuaciones frecuentes en forma del éster de ácido carbámico. Por tanto, el reactivo del líquido de residuo se suministra preferentemente al recipiente de reacción de descomposición térmica en forma líquida.

En el caso de transferir el reactivo o el líquido de residuo en forma líquida, aunque resulta preferible calentar a una temperatura alta en consideración de la prevención de la solidificación durante la transferencia, si se transfiere a una temperatura excesivamente alta, puesto que hay muchos casos en los que el éster de ácido carbámico contenido en el reactivo o el líquido de residuo se somete a desnaturalización térmica, el reactivo o el líquido de residuo se transfiere preferentemente dentro de un intervalo de temperatura de 30 a 200°C, más preferentemente de 50 a 180°C e incluso más preferentemente de 80 a 150°C.

<Reacción de descomposición térmica del éster de ácido carbámico>

A continuación, se proporciona una explicación de la producción de isocianato mediante la realización de una reacción de descomposición térmica sobre el éster de ácido carbámico.

La reacción de descomposición térmica en la presente realización es una reacción en la que el correspondiente isocianato y compuesto de hidroxilo (alcohol o compuesto de hidroxilo aromático) se forman a partir del éster de ácido carbámico.

La temperatura de reacción se encuentra, en general, dentro de un intervalo de 100 a 350 °C y, aunque una alta temperatura es preferible para el aumento de la velocidad de reacción, puesto que las reacciones secundarias, tal como se han descrito anteriormente, pueden estar causadas, por el contrario, por el éster de ácido carbámico y/o el producto de reacción en forma del isocianato a altas temperaturas, la temperatura de reacción se encuentra preferentemente dentro de un intervalo de 150 a 300 °C. Se puede instalar un aparato de enfriamiento o un aparato de calentamiento conocido en el recipiente de reacción para mantener una temperatura de reacción constante. Además, aunque varía de acuerdo con los tipos de compuestos usados y la temperatura de reacción, la presión de reacción puede ser una presión disminuida, una presión normal o una presión aumentada y la reacción, en general, se lleva a cabo a una presión dentro de un intervalo de 20 a 1×10^6 Pa. No existe ninguna limitación particular sobre el tiempo de reacción (el tiempo de residencia en el caso de un método continuo) y, en general, es de 0,001 a 100

horas, preferentemente de 0,005 a 50 horas y más preferentemente de 0,01 a 10 horas.

Hay casos en los que las reacciones secundarias, tal como se han descrito anteriormente, se pueden producir, en casos de mantener el éster de ácido carbámico a altas temperaturas durante un período de tiempo prolongado. Además, los isocianatos formados mediante la reacción de descomposición térmica también pueden causar tales reacciones secundarias. Por tanto, el tiempo durante el que se mantienen el éster de ácido carbámico y el isocianato a una temperatura alta es preferentemente lo más corto posible y la reacción de descomposición térmica se lleva a cabo preferentemente mediante un proceso continuo. Un proceso continuo se refiere a un proceso en el que se suministra de manera continua una mezcla que contiene el éster de ácido carbámico a un recipiente de reacción y se somete a la reacción de descomposición térmica, seguido de la extracción continua del isocianato y el compuesto de hidroxilo formados a partir del recipiente de reacción de descomposición térmica. En este proceso continuo, un componente de bajo punto de ebullición formado mediante la descomposición térmica del éster de ácido carbámico se recupera preferentemente a partir de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica en forma de un componente de fase gaseosa, mientras que el resto se recupera a partir de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica en forma de un componente de fase líquida. Aunque todos los compuestos presentes en el recipiente de reacción de descomposición térmica se pueden recuperar en forma de componentes de fase gaseosa, dejando que los componentes de fase líquida permanezcan en el recipiente de reacción de descomposición térmica, se disuelven los compuestos poliméricos formados mediante reacciones secundarias causadas por el éster de ácido carbámico y/o isocianato, demostrando de este modo el efecto de evitar que los compuestos poliméricos se adhieran y se acumulen en el recipiente de reacción de descomposición térmica. Aunque el isocianato y el compuesto de hidroxilo se forman mediante la descomposición térmica del éster de ácido carbámico, al menos uno de estos compuestos se recupera en forma de un componente de fase gaseosa. El compuesto de estos compuestos que se recupera en forma de un componente de fase gaseosa depende de las condiciones de la reacción de descomposición térmica.

En el presente documento, aunque la expresión "componente de bajo punto de ebullición formado mediante la descomposición térmica del éster de ácido carbámico" usada en la presente realización corresponde al compuesto de hidroxilo y/o isocianato formados mediante la descomposición térmica del éster de ácido carbámico, esta se refiere, en particular, a compuestos capaces de existir como gas en las condiciones en las que se lleva a cabo la reacción de descomposición térmica.

Se puede emplear un método mediante el que se recuperan el isocianato y el compuesto de hidroxilo formados mediante la reacción de descomposición térmica en forma de un componente de fase gaseosa, mientras que se recupera un componente de fase líquida que contiene el éster de ácido carbámico y/o éster de ácido carbónico. En este método, el isocianato y el compuesto de hidroxilo se pueden recuperar por separado en el recipiente de reacción de descomposición térmica. El componente de fase gaseosa recuperado que contiene isocianato se suministra preferentemente en la fase gaseosa a un aparato de destilación para la separación y purificación del isocianato. Por otro lado, el componente de fase líquida que contiene el éster de ácido carbámico y/o éster de ácido carbónico se recupera a partir de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica, todo o una parte del componente de fase líquida se suministra a la parte superior del recipiente de reacción de descomposición térmica y el éster de ácido carbámico se somete de nuevo a la reacción de descomposición térmica. La parte superior del recipiente de reacción de descomposición térmica a la que se hace referencia en el presente documento se refiere, por ejemplo, a la segunda placa y más allá de la parte inferior en términos del número de placas teóricas en caso de que el recipiente de reacción de descomposición térmica sea una columna de destilación o se refiere a la parte más alta que la superficie conductora calentada en caso de que el recipiente de reacción de descomposición térmica sea un destilador de película fina. Cuando se suministra todo o una parte del componente de fase líquida al recipiente de reacción de descomposición térmica, el componente de fase líquida se transfiere preferentemente al tiempo que se mantiene a una temperatura de 50 a 180 °C, más preferentemente de 70 a 170 °C e incluso más preferentemente de 100 a 150 °C. En caso de que el componente de fase líquida contenga éster de ácido carbónico, el componente de fase líquida se puede suministrar al recipiente de reacción de descomposición térmica después de haberse separado y recuperado el éster de ácido carbónico del componente de fase líquida. El éster de ácido carbónico separado y recuperado se reutiliza preferentemente.

Aunque se ha mencionado previamente, en la reacción de descomposición térmica, el componente de fase líquida se recupera preferentemente a partir de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica. Esto se debe a que, como resultado de tener el componente de fase líquida presente en el recipiente de reacción de descomposición térmica, los subproductos poliméricos formados mediante reacciones secundarias causadas por el éster de ácido carbámico y/o isocianato se disuelven y son capaces de descargarse del recipiente de reacción de descomposición térmica en forma de un componente de fase líquida, teniendo de este modo el efecto de reducir la adhesión y la acumulación de estos compuestos poliméricos en el recipiente de reacción de descomposición térmica.

Aunque todo o una parte del componente de fase líquida se suministra a la parte superior del recipiente de reacción de descomposición térmica y el éster de ácido carbámico se somete de nuevo a la reacción de descomposición térmica, existen casos en los que se acumulan los subproductos poliméricos en el componente de fase líquida si se repite esta etapa. En tales casos, todo o una parte del componente de fase líquida se puede retirar del sistema de reacción para reducir la acumulación de los subproductos poliméricos o mantener en una concentración constante.

El compuesto de hidroxilo y/o éster de ácido carbónico contenidos en el componente de fase gaseosa y/o componente de fase líquida obtenidos en la reacción de descomposición térmica, tal como se ha descrito anteriormente, se pueden separar y recuperar, cada uno, para su reutilización. Más específicamente, el compuesto de hidroxilo se puede reutilizar como compuesto de hidroxilo de la Etapa (3) para la producción de éster de ácido carbónico y el éster de ácido carbónico se puede reutilizar como materia prima para la producción de éster de ácido carbámico.

Aunque no existe ninguna limitación particular sobre el tipo de recipiente de reacción de descomposición térmica, se usa preferentemente un aparato de destilación conocido para recuperar de manera eficaz el componente de fase gaseosa. Se usan diversos métodos conocidos, cuyos ejemplos pueden incluir una columna de destilación, una columna de destilación multifase, un reactor multitubular, una columna de destilación multifase continua, una columna rellena, un evaporador de película fina, un reactor provisto de un soporte interior, un reactor de circulación forzada, un evaporador de película descendente, un evaporador de goteo descendente y los tipos que usan combinaciones de los mismos. Desde el punto de vista de retirar rápidamente los componentes de bajo punto de ebullición del sistema de reacción, resulta preferible un reactor tubular, mientras que un recipiente de reacción, tal como un evaporador de película fina tubular, un evaporador de película descendente tubular, se usa más preferentemente y las estructuras que tienen un gran área de contacto de gas-líquido son preferibles por ser capaces de transferir rápidamente los componentes de bajo punto de ebullición formados a la fase gaseosa.

Aunque se pueden usar materiales conocidos para el recipiente de reacción de descomposición térmica y las líneas siempre que estos no tengan un efecto perjudicial sobre el éster de ácido carbámico o los productos en forma del compuesto de hidroxilo, el isocianato, el SUS304, el SUS316 o el SUS316L se pueden usar preferentemente, puesto que estos son económicos.

<Limpieza del recipiente de reacción de descomposición térmica>

En la presente realización, aunque los productos poliméricos que se originan a partir de reacciones secundarias, tal como se representan mediante las Fórmulas (2), (3) y (4) indicadas previamente, se forman junto con la descomposición térmica del éster de ácido carbámico, hay casos en los que estos subproductos de reacción de descomposición térmica se pueden adherir al recipiente de reacción de descomposición térmica cuando se hace funcionar durante un período de tiempo prolongado, incluso en caso de llevar a cabo la reacción de descomposición térmica de acuerdo con el método descrito anteriormente. Si estos compuestos que se adhieren al recipiente de reacción de descomposición térmica se acumulan hasta un determinado grado, el funcionamiento del recipiente de reacción de descomposición térmica se deteriora y, puesto que hay casos con frecuencia en los que esto dificulta el funcionamiento a largo plazo, fue necesario realizar un trabajo que consistía en desmontar y limpiar el recipiente de reacción de descomposición térmica.

Los inventores de la presente invención hallaron, de manera inesperada, que los compuestos adheridos al recipiente de reacción de descomposición térmica se disuelven fácilmente en ácidos. Sobre la base de estos hallazgos, en caso de que las sustancias de alto punto de ebullición se hayan adherido al recipiente de reacción de descomposición térmica, los inventores de la presente invención concibieron y perfeccionaron un método para mantener el interior del recipiente de reacción de descomposición térmica (y, en particular, las paredes del mismo) limpio mediante la limpieza de las paredes del recipiente de reacción de descomposición térmica con el ácido para disolver estas sustancias de alto punto de ebullición y retirarlas del recipiente de reacción de descomposición térmica. Puesto que este método permite que las paredes del recipiente de reacción de descomposición térmica se limpien sin tener que desmontar y limpiar por separado el recipiente de reacción de descomposición térmica, el tiempo de inactividad del recipiente de reacción de descomposición térmica se puede reducir de manera considerable, dando como resultado de este modo a una alta eficacia en la producción de isocianatos.

No existe ninguna limitación particular sobre los ácidos usados para la limpieza siempre que estos sean capaces de disolver los subproductos poliméricos y se pueden usar ácidos orgánicos o ácidos inorgánicos, aunque se usan preferentemente los ácidos orgánicos. Aunque los ejemplos de ácidos orgánicos usados pueden incluir ácido carbónico, ácido sulfónico, ácido sulfínico, fenoles, enoles, tiofenoles, imidas, oximas y sulfonamidas aromáticas, preferentemente se usan ácidos carbónicos y fenoles. Los ejemplos de tales compuestos pueden incluir compuestos de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico, ácido hexanoico, ácido isocaproico, ácido 2-etilbutanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido heptanoico (incluyendo isómeros), ácido octanoico (incluyendo isómeros), ácido nonanoico (incluyendo isómeros), ácido decanoico (incluyendo isómeros), ácido undecanoico (incluyendo isómeros), ácido dodecanoico (incluyendo isómeros), ácido tetradecanoico (incluyendo isómeros), ácido hexadecanoico (incluyendo isómeros), ácido acrílico, ácido crotónico, ácido isocrotónico, acetato de vinilo, ácido metacrílico, ácido angélico, ácido tíglico, acetato de alilo o ácido undecenoico (incluyendo isómeros); ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido heptanodioico (incluyendo isómeros), ácido octanodioico (incluyendo isómeros), ácido nonanodioico (incluyendo isómeros), ácido decanodioico (incluyendo isómeros), ácido maleico, ácido fumárico, ácido metilmaleico, ácido metilfumárico, ácido pentenodioico (incluyendo isómeros), ácido itacónico o ácido alilmalónico; compuestos de ácidos tricarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como ácido 1,2,3-propanotricarboxílico, ácido 1,2,3-propenotricarboxílico o ácido 2,3-dimetilbutano-1,2,3-

5 tricarboxílico; compuestos de ácidos monocarboxílicos aromáticos, tales como ácido benzoico, ácido metilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido etilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido propilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido dimetilbenzoico (incluyendo isómeros) o ácido trimetilbenzoico (incluyendo isómeros); compuestos de ácidos dicarboxílicos aromáticos, tales como ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico o ácido metilisoftálico (incluyendo isómeros); compuestos de ácidos tricarboxílicos aromáticos, tales como ácido hemimellítico, ácido trimellítico o ácido trimesínico; fenoles monosustituídos, tales como fenol, metilfenol (incluyendo isómeros), etilfenol (incluyendo isómeros), propilfenol (incluyendo isómeros), butilfenol (incluyendo isómeros), pentilfenol (incluyendo isómeros), hexilfenol (incluyendo isómeros), heptilfenol (incluyendo isómeros), octilfenol (incluyendo isómeros), nonilfenol (incluyendo isómeros), decilfenol (incluyendo isómeros), dodecilfenol (incluyendo isómeros), fenilfenol (incluyendo isómeros), fenoxifenol (incluyendo isómeros) o cumilfenol (incluyendo isómeros); fenoles disustituídos, tales como dimetilfenol (incluyendo isómeros), dietilfenol (incluyendo isómeros), dipropilfenol (incluyendo isómeros), dibutilfenol (incluyendo isómeros), dipentilfenol (incluyendo isómeros), dihexilfenol (incluyendo isómeros), diheptilfenol (incluyendo isómeros), dioctilfenol (incluyendo isómeros), dinonilfenol (incluyendo isómeros), didecilfenol (incluyendo isómeros), didodecilfenol (incluyendo isómeros), difenilfenol (incluyendo isómeros), difenoxifenol (incluyendo isómeros), dicumilfenol (incluyendo isómeros), metilfenol (incluyendo isómeros), metilpropilfenol (incluyendo isómeros), metilbutilfenol (incluyendo isómeros), metilpentilfenol (incluyendo isómeros), metilhexilfenol (incluyendo isómeros), metilheptilfenol (incluyendo isómeros), metiloctilfenol (incluyendo isómeros), metilnonilfenol (incluyendo isómeros), metildecilfenol (incluyendo isómeros), metildodecilfenol (incluyendo isómeros), metilfenilfenol (incluyendo isómeros), metilfenoxifenol (incluyendo isómeros), metilcumilfenol (incluyendo isómeros), etilpropilfenol (incluyendo isómeros), etilbutilfenol (incluyendo isómeros), etilpentilfenol (incluyendo isómeros), etilhexilfenol (incluyendo isómeros), etilheptilfenol (incluyendo isómeros), etiloctilfenol (incluyendo isómeros), etilnonilfenol (incluyendo isómeros), etildecilfenol (incluyendo isómeros), etildodecilfenol (incluyendo isómeros), etilfenilfenol (incluyendo isómeros), etilfenoxifenol (incluyendo isómeros), etilcumilfenol (incluyendo isómeros), propilbutilfenol (incluyendo isómeros), propilpentilfenol (incluyendo isómeros), propilhexilfenol (incluyendo isómeros), propilheptilfenol (incluyendo isómeros), propiloctilfenol (incluyendo isómeros), propilnonilfenol (incluyendo isómeros), propildecilfenol (incluyendo isómeros), propildodecilfenol (incluyendo isómeros), propilfenilfenol (incluyendo isómeros), propilfenoxifenol (incluyendo isómeros), propilcumilfenol (incluyendo isómeros), butilpentilfenol (incluyendo isómeros), butilhexilfenol (incluyendo isómeros), butilheptilfenol (incluyendo isómeros), butiloctilfenol (incluyendo isómeros), butilnonilfenol (incluyendo isómeros), butildecilfenol (incluyendo isómeros), butildodecilfenol (incluyendo isómeros), butilfenilfenol (incluyendo isómeros), butilfenoxifenol (incluyendo isómeros), butilcumilfenol (incluyendo isómeros), pentilhexilfenol (incluyendo isómeros), pentilheptilfenol (incluyendo isómeros), pentiloctilfenol (incluyendo isómeros), pentilnonilfenol (incluyendo isómeros), pentildecilfenol (incluyendo isómeros), pentildodecilfenol (incluyendo isómeros), pentilfenilfenol (incluyendo isómeros), pentilfenoxifenol (incluyendo isómeros), pentilcumilfenol (incluyendo isómeros), hexilheptilfenol (incluyendo isómeros), hexiloctilfenol (incluyendo isómeros), hexilnonilfenol (incluyendo isómeros), hexildecilfenol (incluyendo isómeros), hexildodecilfenol (incluyendo isómeros), hexilfenilfenol (incluyendo isómeros), hexilfenoxifenol (incluyendo isómeros), hexilcumilfenol (incluyendo isómeros), heptiloctilfenol (incluyendo isómeros), heptilnonilfenol (incluyendo isómeros), heptildecilfenol (incluyendo isómeros), heptildodecilfenol (incluyendo isómeros), heptilfenilfenol (incluyendo isómeros), heptilfenoxifenol (incluyendo isómeros), heptilcumilfenol (incluyendo isómeros), octilnonilfenol (incluyendo isómeros), octildecilfenol (incluyendo isómeros), octildodecilfenol (incluyendo isómeros), octilfenilfenol (incluyendo isómeros), octilfenoxifenol (incluyendo isómeros), octilcumilfenol (incluyendo isómeros), nonildecilfenol (incluyendo isómeros), nonildodecilfenol (incluyendo isómeros), nonilfenilfenol (incluyendo isómeros), nonilfenoxifenol (incluyendo isómeros), nonilcumilfenol (incluyendo isómeros), dodecilfenilfenol (incluyendo isómeros), dodecilfenoxifenol (incluyendo isómeros) o dodecilcumilfenol (incluyendo isómeros); y fenoles trisustituídos, tales como trimetilfenol (incluyendo isómeros), trietilfenol (incluyendo isómeros), tripropilfenol (incluyendo isómeros), tributilfenol (incluyendo isómeros), tripentilfenol (incluyendo isómeros), trihexilfenol (incluyendo isómeros), triheptilfenol (incluyendo isómeros), trioctilfenol (incluyendo isómeros), trinonilfenol (incluyendo isómeros), tridecilfenol (incluyendo isómeros), tridodecilfenol (incluyendo isómeros), trifenilfenol (incluyendo isómeros), trifenoxifenol (incluyendo isómeros), tricumilfenol (incluyendo isómeros), dimetiletilfenol (incluyendo isómeros), dimetilpropilfenol (incluyendo isómeros), dimetilbutilfenol (incluyendo isómeros), dimetilpentilfenol (incluyendo isómeros), dimetilhexilfenol (incluyendo isómeros), dimetilnonilfenol (incluyendo isómeros), dimetildecilfenol (incluyendo isómeros), dimetildodecilfenol (incluyendo isómeros), dimetilfenilfenol (incluyendo isómeros), dimetilfenoxifenol (incluyendo isómeros), dimetilcumilfenol (incluyendo isómeros), dietilmetilfenol (incluyendo isómeros), dietilpropilfenol (incluyendo isómeros), dietilbutilfenol (incluyendo isómeros), dietilpentilfenol (incluyendo isómeros), dietilhexilfenol (incluyendo isómeros), dietilheptilfenol (incluyendo isómeros), dietiloctilfenol (incluyendo isómeros), dietilnonilfenol (incluyendo isómeros), dietildecilfenol (incluyendo isómeros), dietildodecilfenol (incluyendo isómeros), dietilfenilfenol (incluyendo isómeros), dietilfenoxifenol (incluyendo isómeros), dietilcumilfenol (incluyendo isómeros), dipropilmetilfenol (incluyendo isómeros), dipropiletilfenol (incluyendo isómeros), dipropilbutilfenol (incluyendo isómeros), dipropilpentilfenol (incluyendo isómeros), dipropilhexilfenol (incluyendo isómeros), dipropilheptilfenol (incluyendo isómeros), dipropiloctilfenol (incluyendo isómeros), dipropilnonilfenol (incluyendo isómeros), dipropildecilfenol (incluyendo isómeros), dipropildodecilfenol (incluyendo isómeros), dipropilfenilfenol (incluyendo isómeros), dipropilfenoxifenol (incluyendo isómeros), dipropilcumilfenol (incluyendo isómeros), dibutilmetilfenol (incluyendo isómeros), dibutiletilfenol (incluyendo isómeros), dibutilpropilfenol (incluyendo isómeros), dibutilpentilfenol (incluyendo isómeros), dibutilhexilfenol (incluyendo isómeros), dibutilheptilfenol (incluyendo isómeros), dibutiloctilfenol (incluyendo isómeros), dibutilnonilfenol (incluyendo isómeros), dibutildecilfenol (incluyendo isómeros), dibutildodecilfenol (incluyendo isómeros), dibutilfenilfenol (incluyendo isómeros), dibutilfenoxifenol (incluyendo isómeros), dibutilcumilfenol (incluyendo isómeros),

isómeros), nonildecilfenoxifenol (incluyendo isómeros), nonildecilcumilfenol (incluyendo isómeros), nonildodecilfenilfenol (incluyendo isómeros), nonildodecilfenoxifenol (incluyendo isómeros), nonildodecilcumilfenol (incluyendo isómeros), nonilfenilfenoxifenol (incluyendo isómeros), nonilfenilcumilfenol (incluyendo isómeros), decildodecilfenilfenol (incluyendo isómeros), decildodecilfenoxifenol (incluyendo isómeros), decildodecilcumilfenol (incluyendo isómeros), decilfenilfenoxifenol (incluyendo isómeros), decilfenilcumilfenol (incluyendo isómeros), dodecilfenilfenoxifenol (incluyendo isómeros), dodecilfenilcumilfenol (incluyendo isómeros) o fenilfenoxicumilfenol (incluyendo isómeros). Entre estos ácidos orgánicos, en consideración de la separación del isocianato formado en la reacción de descomposición térmica, en caso de que el ácido orgánico permanezca en el recipiente de reacción de descomposición térmica, se selecciona preferentemente un ácido orgánico para el que la diferencia entre el punto de ebullición del mismo y el punto de ebullición convencional del isocianato es de 10 °C o más.

Se pueden usar diversos métodos para limpiar el recipiente de reacción de descomposición térmica usando el disolvente de limpieza anterior, cuyos ejemplos pueden incluir la limpieza del recipiente de reacción de descomposición térmica mediante la introducción del disolvente de limpieza a partir de la parte superior del recipiente de reacción de descomposición térmica y la limpieza del interior del recipiente de reacción de descomposición térmica mediante la introducción del disolvente de limpieza a partir de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica y su ebullición dentro del recipiente de reacción de descomposición térmica.

No resulta necesario llevar a cabo el procedimiento de limpieza cada vez que se lleva a cabo la reacción de descomposición térmica, sino más bien que la frecuencia de limpieza se puede determinar de manera arbitraria de acuerdo con los compuestos usados, la velocidad de funcionamiento y así sucesivamente, y el procedimiento de limpieza se lleva a cabo preferentemente una vez cada 1 a 20.000 horas de funcionamiento, más preferentemente una vez al día a un año de tiempo de funcionamiento e incluso más preferentemente una vez al mes a un año de tiempo de funcionamiento. El recipiente de reacción de descomposición térmica puede estar provisto de una línea para la introducción del disolvente de limpieza.

Además, cuando se lleva a cabo la descomposición térmica del éster de ácido carbámico con el fin de limpiar el recipiente de reacción de descomposición térmica, el disolvente de limpieza también puede estar presente en las condiciones de la reacción de descomposición térmica. Este difiere del disolvente inerte al que se hace referencia en la técnica anterior (véase, por ejemplo, la patente estadounidense n.º 4081472). Por ejemplo, de acuerdo con el presente documento de patente, aunque un disolvente inerte se refiere a un compuesto que no reacciona con el isocianato formado mediante la descomposición térmica del éster de ácido carbámico, en contraste con esto, tal como se indica en la literatura (Journal of the American Chemical Society, Vol. 64, págs. 2229, 1942), por ejemplo, ese uretano se forma mediante una reacción entre un compuesto de hidroxilo aromático e isocianato de fenilo, los compuestos de hidroxilo aromáticos son capaces de reaccionar con los isocianatos. El compuesto de hidroxilo aromático se puede suministrar al recipiente de reacción de descomposición térmica después del mezclado con una mezcla de reacción o un residuo de destilación, cuando se transfiere la mezcla de reacción obtenida mediante la reacción del éster de ácido carbónico y el compuesto de amina o el residuo de destilación en el que se ha separado el compuesto de hidroxilo y/o el éster de ácido carbónico y/o el disolvente de reacción de la mezcla de reacción al recipiente de reacción de descomposición térmica, o el compuesto de hidroxilo aromático se puede suministrar mediante la provisión de una línea para el suministro del compuesto de hidroxilo aromático separada de la línea para el suministro de la mezcla de reacción.

Los isocianatos obtenidos mediante el proceso de producción de la presente realización se pueden usar preferentemente como materias primas de producción de espuma de poliuretano, pinturas, adhesivos. Además, puesto que los isocianatos se pueden producir de acuerdo con el proceso de producción de la presente realización con un buen rendimiento sin usar fosgeno tóxico, la presente invención resulta extremadamente importante a nivel industrial.

Ejemplos

Aunque lo siguiente proporciona una explicación detallada de la presente invención basada en ejemplos de la misma, el ámbito de la presente invención no está limitado por estos ejemplos.

<Métodos analíticos>

1) Análisis de RMN

Aparato: sistema JNM-A400 FT-RMN, JEOL Ltd., Japón

(1) Preparación de muestras de análisis de RMN de ^1H y ^{13}C

Se pesaron aproximadamente 0,3 g de solución de muestra, seguido de la adición de aproximadamente 0,7 g de cloroformo pesado (99,8 %, Aldrich Corp., EE.UU.) y aproximadamente 0,05 g de patrón interno en forma de estaño de tetrametilo (reactivo garantizado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y el mezclado hasta uniformidad para obtener soluciones usadas como muestras de análisis de RMN.

(2) Análisis cuantitativo

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

5

2) Cromatografía líquida

Aparato: sistema LC-10AT, Shimadzu Corp., Japón
 Columna: columna Silica-60, Tosoh Corp., Japón, dos columnas conectadas en serie
 Disolvente de desarrollo: líquido mixto de hexano/tetrahidrofurano (80/20) (v/v)
 Caudal de disolvente: 2 ml/min
 Temperatura de la columna: 35 °C
 Detector: R.I. (refractómetro)

10

15 (1) Muestras de análisis de cromatografía líquida

Se pesaron aproximadamente 0,1 g de 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 bisfenol A (reactivo garantizado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y el mezclado hasta uniformidad para obtener soluciones usadas como muestras de análisis de cromatografía líquida.

20

(2) Análisis cuantitativo

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

25

3) Cromatografía de gases

Aparato: GC-2010, Shimadzu Corp., Japón
 Columna: columna DB-1, Agilent Technologies Corp., EE.UU., longitud: 30 m, diámetro interno: 0,250 mm, espesor de película: 1,00 µm
 Temperatura de la columna: mantenida a 50 °C durante 5 minutos, seguido de aumento a la velocidad de 10 °C/min a 200 °C; mantenida a 200 °C durante 5 minutos, seguido de aumento a la velocidad de 10 °C/min a 300 °C
 Detector: FID

30

35

(1) Muestras de análisis de cromatografía de gases

Se pesaron aproximadamente 0,05 g de muestra, seguido de la adición de aproximadamente 1 g de acetona (deshidratada, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y aproximadamente 0,02 g de patrón interno en forma de tolueno (deshidratado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y el mezclado hasta uniformidad para obtener soluciones usadas como muestras de análisis de cromatografía de gases.

40

(2) Análisis cuantitativo

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

45

4) Espectrometría de masa de plasma acoplado inductivamente

Aparato: SPQ-8000, Seiko Epson Corp., Japón

50

(1) Muestras de análisis de espectrometría de masa de plasma acoplado inductivamente

Se trituraron aproximadamente 0,15 g de muestra con ácido sulfúrico diluido, seguido de la disolución en ácido nítrico diluido.

55

(2) Análisis cuantitativo

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

60

[Ejemplo de referencia 1] Producción de carbonato de bis(3-metilbutilo)

Etapa (I-1): Producción de catalizador de estaño de dialquilo

65

Se colocaron 625 g (2,7 mol) de óxido de estaño de di-n-butilo (Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2.020 g

(22,7 mol) de 3-metil-1-butanol (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en un matraz en forma de pera volumétrico de 5.000 ml. El matraz se conectó a un evaporador (R-144, Shibata Co., Ltd., Japón), al que se conectó un baño de aceite, (OBH-24, Masuda Corp., Japón) equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío (G-50A, Ulvac Inc., Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, Okano Seisakusho Co., Ltd.). La salida de la válvula de purga de este evaporador se conectó a una línea que contenía gas de nitrógeno que fluía a una presión normal. Después del cierre de la válvula de purga del evaporador para reducir la presión dentro del sistema, la válvula de purga se abrió de manera gradual para dejar que el nitrógeno fluyera al sistema y regresara a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó para que fuera de aproximadamente 145 °C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después del calentamiento durante 40 minutos en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador dejada abierta, empezó la destilación del 3-metil-1-butanol que contenía agua. Después del mantenimiento en el estado durante 7 horas, se cerró la válvula de purga, se redujo de manera gradual la presión dentro del sistema y se destiló el exceso de 3-metil-1-butanol con la presión dentro del sistema a entre 74 y 35 KPa. Después de que la fracción ya no apareciera, el matraz se sacó del baño de aceite. Después de dejar que el matraz se enfriara a la proximidad de temperatura ambiente (25 °C), el matraz se sacó del baño de aceite, la válvula de purga se abrió de manera gradual y la presión dentro del sistema volvió a presión atmosférica. Se obtuvieron 886 g de líquido de reacción en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de RMN de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C , se confirmó que el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) se había obtenido a un rendimiento del 99 % basado en el óxido de estaño de di-n-butilo. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 10.635 g de diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi).

Etapa (I-2): Producción de carbonato de bis(3-metilbutilo)

Se produjo el carbonato de bis(3-metilbutilo) en un aparato de producción continua como el mostrado en la FIG. 1. Se suministró el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) producido de la manera descrita anteriormente a una velocidad de 4.388 g/h a partir de una línea 4 en un recipiente 102 de reacción de tipo columna relleno con un relleno Gauze CY de metal (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y que tenía un diámetro interno de 151 mm y una longitud eficaz de 5.040 mm y se suministró el 3-metil-1-butanol purificado con una columna 101 de destilación multifase continua a la velocidad de 14.953 g/h a partir de la línea 2. La temperatura del líquido dentro del recipiente 102 de reacción se controló a 160 °C mediante un calentador y un recalentador 112 y se ajustó la presión para que fuera de aproximadamente 120 KPa-G con una válvula de control de presión. El tiempo de residencia en el recipiente de reacción fue de aproximadamente 17 minutos. Se bombearon el 3-metil-1-butanol que contenía agua a la velocidad de 15.037 g/h a partir de la parte superior del recipiente de reacción a través de la línea 6 y el 3-metil-1-butanol a la velocidad de 825 g/h a través de la línea 1 a la columna 101 de destilación rellena con el relleno Gauze CY de metal y provista de un recalentador 111 y un condensador 121 para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna 101 de destilación, se condensó una fracción que contenía una alta concentración de agua mediante el condensador 121 y se recuperó a partir de la línea 3. Se bombeó el 3-metil-1-butanol purificado al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través de la línea 2 localizada en la parte inferior de la columna 101 de destilación. Se obtuvo una composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo que contenía estaño de di-n-butil-bis(3-metilbutiloxi) y diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) a partir de la parte inferior del recipiente 102 de reacción de tipo columna y se suministró al evaporador 103 de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de la línea 5. El 3-metil-1-butanol se retiró por destilación en el evaporador 103 de película fina y se devolvió al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través de un condensador 123, la línea 8 y la línea 4. La composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo se bombeó a partir de la parte inferior del evaporador 103 de película fina a través de la línea 7 y se suministró a un autoclave 104, al tiempo que se ajustaba el caudal del estaño de di-n-butil-bis(3-metilbutiloxi) y diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) a aproximadamente 5.130 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave 104 mediante la línea 9 a la velocidad de 973 g/h y la presión dentro del autoclave 104 se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura dentro del autoclave 104 se ajustó para que fuera de 120 °C, el tiempo de residencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de bis(3-metilbutilo). Este líquido de reacción se transfirió a un tanque 105 de descarbonización a través de la línea 10 y una válvula de control para retirar el dióxido de carbono residual y se recuperó el dióxido de carbono a partir de la línea 11. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió al evaporador 106 de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado para que estuviera a aproximadamente 142 °C y aproximadamente 0,5 KPa a través de la línea 12 y se suministró al tiempo que se ajustaba el caudal del diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) a aproximadamente 4.388 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de bis(3-metilbutilo). Por otro lado, el residuo de evaporación se circuló al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través de la línea 13 y la línea 4 al tiempo que se ajustaba el caudal del diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) a aproximadamente 4.388 g/h. La fracción que contenía carbonato de bis(3-metilbutilo) se suministró a una columna 107 de destilación rellena con un relleno Gauze CY de metal y equipada con un recalentador 117 y un condensador 127 a través de un condensador 126 y una línea 14 de transferencia a la velocidad de 959 g/h, seguido de la purificación por destilación para obtener el 99 % en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a partir de la línea 15 de recuperación a la velocidad de 944 g/h. Cuando se analizó la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo de la línea 13 de transferencia mediante el análisis de RMN de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C , se halló que contenía diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi), pero no contenía estaño de di-n-butil-bis(3-metilbutiloxi). Después de llevar a cabo el funcionamiento continuo mencionado anteriormente durante

aproximadamente 240 horas, se extrajo la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo de la línea 16 de extracción a la velocidad de 18 g/h, al tiempo que se suministraba el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) producido de acuerdo con el proceso anterior a partir de la línea 17 a la velocidad de 18 g/h. El carbonato de bis(3-metilbutilo) resultante contenía 23 ppm de átomos de metal en forma de hierro.

5

[Ejemplo de referencia 2] Producción de carbonato de dibutilo

Etapa (II-1): Producción de catalizador de estaño de dialquilo

10 Se colocaron 692 g (2,78 mol) de óxido de estaño de di-n-butilo y 2.001 g (27 mol) de 1-butanol (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en un matraz en forma de pera volumétrico de 3.000 ml. El matraz que contenía una mezcla en forma de una suspensión de color blanco se conectó a un evaporador, al que se conectó un baño de aceite, equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador se conectó a una línea que contenía gas de nitrógeno que fluía a una presión normal. Después del cierre de la válvula de purga del evaporador para reducir la presión dentro del sistema, la válvula de purga se abrió de manera gradual para dejar que el nitrógeno fluyera al sistema y regresara a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó para que fuera de 126 °C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después del calentamiento durante 30 minutos a una presión normal con la válvula de purga del evaporador dejada abierta, la mezcla hirvió y empezó la destilación de un componente de bajo punto de ebullición. Después del mantenimiento en el estado durante 8 horas, se cerró la válvula de purga, se redujo de manera gradual la presión dentro del sistema y se destiló el componente de bajo punto de ebullición residual con la presión de dentro del sistema a entre 76 y 54 KPa. Después de que el componente de bajo punto de ebullición ya no apareciera, el matraz se sacó del baño de aceite. El líquido de reacción estaba en forma de un líquido transparente. Posteriormente, el matraz se sacó del baño de aceite, la válvula de purga se abrió de manera gradual y la presión dentro del sistema volvió a presión normal. Se obtuvieron 847 g de líquido de reacción en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de RMN de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C , se obtuvo diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(n-butiloxi) a un rendimiento del 99 % basado en el óxido de estaño de di-n-butilo. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 10.180 g de diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(n-butiloxi).

30 Etapa (II-2): Producción de carbonato de dibutilo

Se produjo el éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua como el mostrado en la FIG. 1. Se suministró el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(n-butiloxi) producido en la Etapa (II-1) a la velocidad de 4.201 g/h a partir de la línea 4 de alimentación en un recipiente de reacción de tipo columna relleno con un relleno Mellapak 750Y (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y que tenía un diámetro interno de 151 mm y una longitud eficaz de 5.040 mm y se suministró el 1-butanol purificado con la columna 101 de destilación multifase continua al recipiente 102 de reacción de tipo columna a la velocidad de 24.717 g/h a partir de la línea 2. La temperatura del líquido dentro del recipiente 102 de reacción se ajustó a 160 °C mediante un calentador y un recalentador 112 y se ajustó la presión para que fuera de aproximadamente 120 KPa-G con una válvula de control de presión. El tiempo de residencia en el recipiente de reacción fue de aproximadamente 10 minutos. Se bombearon el 1-butanol que contenía agua a la velocidad de 24.715 g/h a partir de la parte superior del recipiente de reacción a través de la línea 6 y el 1-butanol a la velocidad de 824 g/h a través de la línea 1 de alimentación a la columna 101 de destilación multifase continua rellena con el relleno Gauze CY de metal (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y provista del recalentador 111 y el condensador 121 para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna 101 de destilación multifase continua, se condensó una fracción que contenía una alta concentración de agua mediante el condensador 121 y se recuperó a partir de la línea 3 de transferencia. Se bombeó el 1-butanol purificado a través de la línea 2 localizada en la parte inferior de la columna 101 de destilación multifase continua. Se obtuvo una composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo que contenía estaño-di-n-butilóxido de di-n-butilo y diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(n-butiloxi) a partir de la parte inferior del recipiente 102 de reacción de tipo columna y se suministró al evaporador 103 de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de la línea 5. El 1-butanol se retiró por destilación en el evaporador 103 de película fina y se devolvió al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través del condensador 123, la línea 8 de transferencia y la línea 4 de transferencia. La composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo se bombeó a partir de la parte inferior del evaporador 103 de película fina a través de la línea 7 y se suministró al autoclave 104, al tiempo que se ajustaba el caudal de los componentes activos en forma de estaño-di-n-butilóxido de di-n-butilo y diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(n-butiloxi) a aproximadamente 4.812 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave 104 mediante la línea 9 de alimentación a la velocidad de 973 g/h y la presión dentro del autoclave 104 se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura dentro del autoclave se ajustó para que fuera de 120 °C, el tiempo de residencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de dibutilo. Este líquido de reacción se transfirió al tanque 105 de descarbonización a través de la línea 10 y una válvula de control para retirar el dióxido de carbono residual y se recuperó el dióxido de carbono a partir de la línea 11. Posteriormente, el líquido de reacción se bombeó al evaporador 106 de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado para que estuviera a 140 °C y aproximadamente 1,4 KPa a través de la línea 12 y se suministró al tiempo que se ajustaba el caudal del diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(n-butiloxi) a aproximadamente 4.201 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de dibutilo. Por otro lado, el residuo de evaporación se circuló al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través de la línea

65

13 y la línea 4 al tiempo que se ajustaba el caudal del diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butyl-1,3-di(n-butiloxi) a aproximadamente 4.201 g/h. La fracción que contenía carbonato de dibutilo se suministró a una columna 107 de destilación rellena con un relleno Gauze CY de metal (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y equipada con un recalentador 117 y un condensador 127 a través de un condensador 126 y una línea 14 a la velocidad de 830 g/h, seguido de la purificación por destilación para obtener el 99 % en peso de carbonato de dibutilo a partir de la línea 15 de transferencia a la velocidad de 814 g/h. Cuando se analizó la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo de la línea 13 de transferencia mediante el análisis de RMN de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C , se halló que contenía diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butyl-1,3-di(n-butiloxi), pero no contenía estaño-di-n-butilóxido de di-n-butilo. Después de llevar a cabo el funcionamiento continuo mencionado anteriormente durante aproximadamente 600 horas, se extrajo la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo de la línea 16 de extracción a la velocidad de 16 g/h, al tiempo que se suministraba el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butyl-1,3-di(n-butiloxi) producido en la Etapa (11-1) a partir de la línea 17 a la velocidad de 16 g/h. El carbonato de dibutilo resultante contenía 0,3 ppm de átomos de metal en forma de hierro.

[Ejemplo de referencia 3] Producción de carbonato de bis(2-etilbutilo)

Etapa (III-1): Producción de catalizador de estaño de dialquilo

Se colocaron 893 g (2,48 mol) de óxido de estaño de di-n-octilo (Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2.403 g (23,6 mol) de 2-etil-1-butanol en un matraz en forma de pera volumétrico de 5.000 ml. El matraz se conectó a un evaporador, al que se conectó un baño de aceite, equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador se conectó a una línea que contenía gas de nitrógeno que fluía a una presión normal. Después del cierre de la válvula de purga del evaporador para reducir la presión dentro del sistema, la válvula de purga se abrió de manera gradual para dejar que el nitrógeno fluyera al sistema y regresara a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó para que fuera de aproximadamente 165 °C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después del calentamiento durante 40 minutos en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador dejada abierta, empezó la destilación del 2-etil-1-butanol que contenía agua. Después del mantenimiento en el estado durante 7 horas, se cerró la válvula de purga, se redujo de manera gradual la presión dentro del sistema y se destiló el 2-etil-1-butanol residual con la presión dentro del sistema a entre 74 y 25 KPa. Después de que la fracción ya no apareciera, el matraz se sacó del baño de aceite. Después de dejar que el matraz se enfriara a la proximidad de temperatura ambiente (25 °C), el matraz se sacó del baño de aceite, la válvula de purga se abrió de manera gradual y la presión dentro del sistema volvió a presión atmosférica. Se obtuvieron 1125 g de líquido de reacción en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de RMN de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C , se confirmó que el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) se había obtenido a un rendimiento del 99 % basado en el óxido de estaño de di-n-octilo. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 13.510 g de diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi).

Etapa (III-2): Producción de éster de ácido carbónico y recuperación de composición desactivada de catalizador de estaño de dialquilo

Se produjo el éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua como el mostrado en la FIG. 1. Se suministró el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) producido de la manera descrita anteriormente a la velocidad de 6.074 g/h a partir de la línea 4 en un recipiente 102 de reacción de tipo columna rellena con un relleno Gauze CY de metal y que tenía un diámetro interno de 151 mm y una longitud eficaz de 5.040 mm y se suministró el 2-etil-1-butanol purificado con una columna 101 de destilación multifase continua a la velocidad de 12.260 g/h a partir de la línea 2. La temperatura del líquido dentro del recipiente 102 de reacción se ajustó a 160 °C mediante un calentador y un recalentador 112 y se ajustó la presión a aproximadamente 120 KPa-G con una válvula de control de presión. El tiempo de residencia en el recipiente de reacción fue de aproximadamente 17 minutos. se bombearon el 2-etil-1-butanol que contenía agua a la velocidad de 12.344 g/h a partir de la parte superior del recipiente de reacción a través de la línea 6 y el 2-etil-1-butanol a la velocidad de 958 g/h a través de la línea 1 a la columna 101 de destilación multifase continua rellena con un relleno Gauze CY de metal y provista con un recalentador 111 y un condensador 121 para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna 101 de destilación multifase continua, se condensó una fracción que contenía una alta concentración de agua mediante el condensador 121 y se recuperó a partir de la línea 3 de recuperación. Se bombeó el 2-etil-1-butanol purificado al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través de la línea 2 localizada en la parte inferior de la columna 101 de destilación multifase continua. Se obtuvo una composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo que contenía estaño de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) y diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) a partir de la parte inferior del recipiente 102 de reacción de tipo columna y se suministró al evaporador 103 de película fina a través de la línea 5. El 2-etil-1-butanol se retiró por destilación en el evaporador 103 de película fina y se devolvió al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través del condensador 123, la línea 8 y la línea 4. La composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo se bombeó a partir de la parte inferior del evaporador 103 de película fina a través de la línea 7 y se suministró al autoclave 104, al tiempo que se ajustaba el caudal del estaño de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) y diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) a aproximadamente 6.945 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave 104 mediante la línea 9 a la velocidad de 973 g/h y la presión dentro del autoclave 104 se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura dentro del autoclave se ajustó para que fuera de 120 °C, el tiempo de residencia se ajustó

a aproximadamente 4 horas y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo). Este líquido de reacción se transfirió al tanque 105 de descarbonización a través de la línea 10 y una válvula de control para retirar el dióxido de carbono residual y se recuperó el dióxido de carbono a partir de la línea 11. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió al evaporador 106 de película fina ajustado a aproximadamente 142 °C y aproximadamente 0,5 KPa a través de la línea 12 y se suministró al tiempo que se ajustaba el caudal del diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutilo) a aproximadamente 6.074 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo). Por otro lado, el residuo de evaporación se circuló al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través de la línea 13 y la línea 4 al tiempo que se ajustaba el caudal del diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutilo) a aproximadamente 6.704 g/h. La fracción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo) se suministró a una columna 107 de destilación rellena con un relleno Gauze CY de metal y equipada con un recalentador 117 y un condensador 127 a través de un condensador 126 y una línea 14 a la velocidad de 959 g/h, seguido de la purificación por destilación para obtener el 99 % en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) a partir de la línea 15 de recuperación a la velocidad de 1.075 g/h. Cuando se analizó la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo de la línea 13 mediante el análisis de RMN de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C , se halló que contenía diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutilo), pero no contenía estaño de di-n-octil-bis(2-etilbutilo). Después de llevar a cabo el funcionamiento continuo mencionado anteriormente durante aproximadamente 220 horas, se suministró la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo de la línea 16 de extracción a la velocidad de 18 g/h, se suministró el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutilo) producido de la misma manera descrita anteriormente a partir de la línea 17 a la velocidad de 18 g/h y se extrajeron 180 g de una composición de catalizador desactivada de diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutilo) a partir de la línea 16 de extracción. El carbonato de bis(2-etilbutilo) resultante contenía 4,8 ppm de átomos de metal en forma de hierro.

[Ejemplo de referencia 4] Producción de carbonato de diheptilo

Etapa (IV-1): Producción de catalizador de estaño de dialquilo

Se colocaron 692 g (2,78 mol) de óxido de estaño de di-n-butilo y 3.137 g (27 mol) de 1-heptanol (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en un matraz en forma de pera volumétrico de 3.000 ml. El matraz que contenía una mezcla en forma de una suspensión de color blanco se unió a un evaporador, al que se conectó un baño de aceite, equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador se conectó a una línea que contenía gas de nitrógeno que fluía a una presión normal. Después del cierre de la válvula de purga del evaporador para reducir la presión dentro del sistema, la válvula de purga se abrió de manera gradual para dejar que el nitrógeno fluyera al sistema y alcanzara una presión de 39 KPa. La temperatura del baño de aceite se ajustó para que fuera de 150 °C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después del calentamiento durante 30 minutos a una presión normal con la válvula de purga del evaporador dejada abierta, la mezcla hirvió y empezó la destilación de un componente de bajo punto de ebullición. Después del mantenimiento en el estado durante 8 horas, se cerró la válvula de purga, se redujo de manera gradual la presión dentro del sistema y se destiló el componente de bajo punto de ebullición residual con la presión de dentro del sistema a entre 39 y 10 KPa. Después de que el componente de bajo punto de ebullición ya no apareciera, el matraz se sacó del baño de aceite. El líquido de reacción estaba en forma de un líquido transparente. Posteriormente, el matraz se sacó del baño de aceite, la válvula de purga se abrió de manera gradual y la presión dentro del sistema volvió a la presión normal. Se obtuvieron 952 g de líquido de reacción en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de RMN de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C , se obtuvo diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-diheptilo a un rendimiento del 99 % basado en el óxido de estaño de di-n-butilo. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 11.431 g de diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-diheptilo.

Etapa (IV-2): Producción de carbonato de diheptilo

Se produjo el éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua como el mostrado en la FIG. 1. Se suministró el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di-n-heptilo producido en la Etapa (IV-1) a la velocidad de 4.757 g/h a partir de la línea 4 en un recipiente de reacción de tipo columna relleno con un relleno Mellapak 750Y (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y que tenía un diámetro interno de 151 mm y una longitud eficaz de 5.040 mm y se suministró el 1-heptanol purificado con la columna 101 de destilación multifase continua al recipiente 102 de reacción de tipo columna a la velocidad de 13.967 g/h a partir de la línea 2. La temperatura del líquido dentro del recipiente de reacción se ajustó a 170 °C mediante un calentador y un recalentador 112 y se ajustó la presión para que fuera de aproximadamente 120 KPa-G con una válvula de control de presión. El tiempo de residencia en el recipiente de reacción fue de aproximadamente 10 minutos. Se bombearon el 1-heptanol que contenía agua a la velocidad de 14.051 g/h a partir de la parte superior del recipiente de reacción a través de la línea 6 y el 1-heptanol a la velocidad de 1.086 g/h a través de la línea 1 a la columna 101 de destilación multifase continua rellena con el relleno Gauze CY de metal (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y provista del recalentador 111 y el condensador 121 para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna 101 de destilación multifase continua, se condensó una fracción que contenía una alta concentración de agua mediante el condensador 121 y se recuperó a partir de la línea 3. Se bombeó el 1-heptanol purificado a través de la línea 2 de transferencia localizada en la parte inferior de la columna 101 de destilación multifase continua. Se obtuvo una composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo que contenía estaño-di-n-heptilóxido de di-n-butilo y diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di-n-heptilo a

partir de la parte inferior del recipiente 102 de reacción de tipo columna y se suministró al evaporador 103 de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de la línea 5. El 1-heptanol se retiró por destilación en el evaporador 103 de película fina y se devolvió al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través del condensador 123, la línea 8 y la línea 4. La composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo se bombeó a partir de la parte inferior del evaporador 103 de película fina a través de la línea 7 y se suministró al autoclave 104, al tiempo que se ajustaba el caudal de los componentes activos en forma de estaño-di-n-heptilóxido de di-n-butilo y diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di-n-heptiloxi a aproximadamente 5.764 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave 104 mediante la línea 9 a la velocidad de 973 g/h y la presión dentro del autoclave 104 se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura dentro del autoclave se ajustó para que fuera de 120 °C, el tiempo de residencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de diheptilo. El líquido de reacción se transfirió al tanque 105 de descarbonización a través de la línea 10 y una válvula de control para retirar el dióxido de carbono residual y se recuperó el dióxido de carbono a partir de la línea 11. Posteriormente, el líquido de reacción se bombeó al evaporador 106 de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado para que estuviera a 140 °C y aproximadamente 1,4 KPa a través de la línea 12 y se suministró al tiempo que se ajustaba el caudal del diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di-n-heptiloxi a aproximadamente 4.757 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de dibutilo. Por otro lado, el residuo de evaporación se circuló al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través de la línea 13 y la línea 4 al tiempo que se ajustaba el caudal del diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di-n-heptiloxi para que fuera de aproximadamente 5.764 g/h. La fracción que contenía carbonato de diheptilo se suministró a una columna 107 de destilación rellena con un relleno Gauze CY de metal (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y equipada con un recalentador 117 y un condensador 127 a través de un condensador 126 y una línea 14 a la velocidad de 1.223 g/h, seguido de la purificación por destilación para obtener el 99 % en peso de carbonato de diheptilo a partir de la línea 15 a la velocidad de 1.208 g/h. Cuando se analizó la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo de la línea 13 mediante el análisis de RMN de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C , se halló que contenía diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di-n-heptiloxi, pero no contenía estaño-di-n-heptilóxido de di-n-butilo. Después de llevar a cabo el funcionamiento continuo mencionado anteriormente durante aproximadamente 600 horas, se extrajo la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo de la línea 16 de extracción a la velocidad de 22 g/h, al tiempo que se suministraba el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di-n-heptiloxi producido en la Etapa (IV-1) a partir de la línea 17 de alimentación a la velocidad de 22 g/h. El carbonato de diheptilo resultante contenía 26 ppm de átomos de metal en forma de hierro.

[Ejemplo de referencia 5] Producción de carbonato de bis(2-etilhexilo)

Etapa (V-1): Producción de catalizador de estaño de dialquilo

Se colocaron 692 g (2,78 mol) de óxido de estaño de di-n-butilo y 3.516 g (27 mol) de 2-etil-1-hexanol (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en un matraz en forma de pera volumétrico de 3.000 ml. El matraz que contenía una mezcla en forma de una suspensión de color blanco se unió a un evaporador, al que se conectó un baño de aceite, equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador se conectó a una línea que contenía gas de nitrógeno que fluía a una presión normal. Después del cierre de la válvula de purga del evaporador para reducir la presión dentro del sistema, la válvula de purga se abrió de manera gradual para dejar que el nitrógeno fluyera al sistema y alcanzara una presión de aproximadamente 26 KPa. La temperatura del baño de aceite se ajustó para que fuera de 150 °C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después del calentamiento durante 30 minutos a la presión normal con la válvula de purga del evaporador dejada abierta, la mezcla hirvió y empezó la destilación de un componente de bajo punto de ebullición. Después del mantenimiento en el estado durante 8 horas, se cerró la válvula de purga, se redujo de manera gradual la presión dentro del sistema y se destiló el componente de bajo punto de ebullición residual con la presión de dentro del sistema a entre 26 y 10 KPa. Después de que el componente de bajo punto de ebullición ya no apareciera, el matraz se sacó del baño de aceite. El líquido de reacción estaba en forma de un líquido transparente. Posteriormente, el matraz se sacó del baño de aceite, la válvula de purga se abrió de manera gradual y la presión dentro del sistema volvió a la presión normal. Se obtuvieron 990 g de líquido de reacción en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de RMN de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C , se obtuvo diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilhexiloxi) a un rendimiento del 99 % basado en el óxido de estaño de di-n-butilo. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 11.880 g de diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilhexiloxi).

Etapa (V-2): Producción de carbonato de bis(2-etilhexilo)

Se produjo el éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua como el mostrado en la FIG. 1. Se suministró el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilhexiloxi) producido en la Etapa (V-1) a la velocidad de 4.943 g/h a partir de la línea 4 en un recipiente de reacción de tipo columna relleno con un relleno Mellapak 750Y (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y que tenía un diámetro interno de 151 mm y una longitud eficaz de 5.040 mm y se suministró el 2-etil-1-hexanol purificado con la columna 101 de destilación multifase continua al recipiente 102 de reacción de tipo columna a la velocidad de 15.653 g/h a partir de la línea 2. La temperatura del líquido dentro del recipiente de reacción se ajustó para que fuera de 170 °C mediante un calentador y un recalentador 112 y se ajustó la presión para que fuera de aproximadamente 120 KPa-G con una válvula de control de presión. El tiempo de

residencia en el recipiente de reacción fue de aproximadamente 10 minutos. Se bombearon el 2-etil-1-hexanol que contenía agua a la velocidad de 15.737 g/h a partir de la parte superior del recipiente de reacción a través de la línea 6 y el 2-etil-1-hexanol a la velocidad de 1.217 g/h a través de la línea 1 a la columna 101 de destilación multifase continua rellena con un relleno Gauze CY de metal (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y provista con un recalentador 111 y un condensador 121 para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna 101 de destilación multifase continua, se condensó una fracción que contenía una alta concentración de agua mediante el condensador 121 y se recuperó a partir de la línea 3. Se bombeó el 2-etil-1-hexanol purificado a través de la línea 2 localizada en la parte inferior de la columna 101 de destilación multifase continua. Se obtuvo una composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo que contenía estaño-bis(2-etilhexilóxido) de di-n-butilo y diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilhexiloxi) a partir de la parte inferior del recipiente 102 de reacción de tipo columna y se suministró al evaporador 103 de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de la línea 5. El 2-etil-1-hexanol se retiró por destilación en el evaporador 103 de película fina y se devolvió al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través del condensador 123, la línea 8 y la línea 4. La composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo se bombeó a partir de la parte inferior del evaporador 103 de película fina a través de la línea 7 y se suministró al autoclave 104, al tiempo que se ajustaba el caudal de los componentes activos en forma de estaño-bis(2-etilhexilóxido) de di-n-butilo y diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilhexiloxi) a aproximadamente 6.083 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave mediante la línea 9 a la velocidad de 973 g/h y la presión dentro del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura dentro del autoclave se ajustó para que fuera de 120 °C, el tiempo de residencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de bis(2-etilhexilo). Este líquido de reacción se transfirió al tanque 105 de descarbonización a través de la línea 10 y una válvula de control para retirar el dióxido de carbono residual y se recuperó el dióxido de carbono a partir de la línea 11. Posteriormente, el líquido de reacción se bombeó al evaporador 106 de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a 140 °C y aproximadamente 1,4 KPa a través de la línea 12 y se suministró al tiempo que se ajustaba el caudal del diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilhexiloxi) a aproximadamente 4.943 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de dibutilo. Por otro lado, el residuo de evaporación se circuló al recipiente 102 de reacción de tipo columna a través de la línea 13 de transferencia y la línea 4 de transferencia al tiempo que se ajustaba el caudal del diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilhexiloxi) a aproximadamente 4.943 g/h. La fracción que contenía carbonato de dibutilo se suministró a la columna 107 de destilación rellena con un relleno Gauze CY de metal (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y equipada con un recalentador 117 y un condensador 127 a través de un condensador 126 y una línea 14 a la velocidad de 1.354 g/h, seguido de la purificación por destilación para obtener el 99 % en peso de carbonato de bis(2-etilhexilo) a partir de la línea 15 de transferencia a la velocidad de 1.339 g/h. Cuando se analizó la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo de la línea 13 mediante el análisis de RMN de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C , se halló que contenía diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilhexiloxi), pero no contenía estaño-bis(2-etilhexilóxido) de di-n-butilo. Después de llevar a cabo el funcionamiento continuo mencionado anteriormente durante aproximadamente 600 horas, se extrajo la composición de catalizador de alcóxido de estaño de alquilo de la línea 16 de extracción a la velocidad de 23 g/h, al tiempo que se suministraba el diestannoxano de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilhexiloxi) producido en la Etapa (V-1) a partir de la línea 17 de alimentación a la velocidad de 23 g/h. El carbonato de bis(2-etilhexilo) resultante contenía 30 ppm de átomos de metal en forma de hierro.

[Ejemplo de referencia 6] Producción de carbonato de difenilo

Se produjo carbonato de difenilo usando el carbonato de dibutilo obtenido en el Ejemplo de referencia 2.

Etapa (VI-1): Producción de éster de ácido carbónico aromático

[Preparación de catalizador]

Se calentaron 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo durante 10 horas a 180 °C, tras lo que el agua formada se retiró por destilación junto con el fenol. Se extrajeron aproximadamente 2,5 g de agua en 10 horas. Posteriormente, se retiró por destilación el fenol de la parte superior del recipiente de reacción para preparar un catalizador.

[Producción de éster de ácido carbónico aromático]

Se usó un aparato como el mostrado en la FIG. 2.

De manera continua, se alimentó una mezcla que comprendía el carbonato de dibutilo obtenido en la Etapa (1-2), el fenol y el catalizador preparado anteriormente (ajustados de tal manera que la relación en peso del carbonato de dibutilo y el fenol en la mezcla fue de aproximadamente 65/35 y la concentración de plomo fue de aproximadamente el 1 % en peso) en un estado líquido a través del precalentador 201 a la fase intermedia de la columna 202 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 21 a la velocidad de aproximadamente 270 g/h y se dejó reaccionar. La cantidad de calor requerida para la reacción y la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 23 y el recalentador 204. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 202 de destilación multifase continua fue de 238 °C, la presión en la parte

superior de la columna fue de aproximadamente 250 KPa y la relación de reflujo se ajustó para que fuera de aproximadamente 2. El gas destilado de la parte superior de la columna 202 de destilación multifase continua se extrajo a partir de la línea 22 y se extrajo de manera continua en el tanque 205 de almacenamiento a través del condensador 203 a partir de la línea 24 a la velocidad de aproximadamente 67 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 23 en el tanque 206 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 204 g/h.

La composición del líquido extraído a partir de la línea 24 consistió en aproximadamente el 33 % en peso de 1-butanol, aproximadamente el 65 % en peso de fenol y aproximadamente el 2 % en peso de carbonato de dibutilo. La composición del líquido extraído al tanque 206 de almacenamiento consistió en aproximadamente el 11 % en peso de fenol, aproximadamente el 60 % en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 26 % en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 1,6 % en peso de carbonato de difenilo y la concentración de plomo fue de aproximadamente el 1 % en peso.

A continuación, se usó un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

El líquido extraído en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 203 g/h. La cantidad de calor requerida para la reacción y la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 240 °C, la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 27 KPa y la relación de reflujo se ajustó a aproximadamente 2. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 34 en el tanque 305 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 165 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 39 g/h.

La composición del líquido extraído a partir de la línea 34 consistió en aproximadamente 500 ppm de 1-butanol, aproximadamente el 13 % en peso de fenol, aproximadamente el 85 % en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 2 % en peso de carbonato de butilfenilo. La composición del líquido extraído al tanque 306 de almacenamiento consistió en aproximadamente el 0,3 % en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 32 % en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 61 % en peso de carbonato de difenilo y la concentración de plomo fue de aproximadamente el 7 % en peso.

[Reciclado de alcohol]

Se recicló el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

El líquido extraído de manera continua en el tanque 205 de almacenamiento se alimentó de manera continua a través de un precalentador 401 a una posición de aproximadamente 0,7 m a partir de la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 201 g/h para llevar a cabo la separación por destilación. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 145 °C, la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 13 KPa y la relación de reflujo se ajustó para que fuera de aproximadamente 0,3. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo a partir de la línea 44 en el tanque 405 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 68 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 133 g/h.

La composición del líquido extraído a partir de la línea 44 contenía aproximadamente el 99 % en peso de 1-butanol y aproximadamente 100 ppm de fenol. La composición del líquido extraído al tanque 406 de almacenamiento consistió en aproximadamente el 2 % en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 98 % en peso de fenol.

[Purificación de carbonato de diarilo]

Se purificó el carbonato de diarilo usando un aparato como el mostrado en las FIG. 5 y 6.

El líquido extraído al tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua a través del precalentador 501 a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 195 g/h. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se

suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 53 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 210 °C, la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa y la relación de reflujo se ajustó para que fuera de aproximadamente 1. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 52 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 54. El líquido se extrajo de la parte inferior de la columna a través de la línea 53 en el tanque 506 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 14 g/h.

La composición del líquido extraído a partir de la línea 54 contenía aproximadamente el 0,3 % en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 34 % en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 66 % en peso de carbonato de difenilo.

El líquido extraído a partir de la línea 54 se alimentó de manera continua a través del precalentador 601 a la fase intermedia de la columna 602 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 61 a la velocidad de aproximadamente 181 g/h. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 63 y el recalentador 604. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 602 de destilación multifase continua fue de 232 °C, la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 15 KPa y la relación de reflujo se ajustó para que fuera de aproximadamente 2. El gas destilado de la parte superior de la columna 602 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 603 a través de la línea 62 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 64. El líquido se extrajo de la parte inferior de la columna a través de la línea 63 en el tanque 606 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 119 g/h.

La composición del líquido extraído de la línea 64 contenía aproximadamente el 0,6 % en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 99 % en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 0,4 % en peso de carbonato de difenilo. La composición del líquido extraído al tanque 606 de almacenamiento contenía aproximadamente el 0,1 % en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 99,9 % en peso de carbonato de difenilo. El carbonato de difenilo contenía 8,2 ppm de un componente de metal en forma de hierro.

[Ejemplo 1]

Etapa (1-1): Producción de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 2.

Se suministraron 3.333 g (16,5 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia 1 a un recipiente 204 de reacción regulado fabricado de SUS y que tenía un volumen interno de 5 l desde el tanque 201 de almacenamiento a través de la línea 21 con la línea 24 cerrada y se suministraron 383,5 g (3,3 mol) de la hexametilén diamina (Aldrich Corp., EE.UU.) al recipiente 204 de reacción desde el tanque 202 de almacenamiento a través de la línea 22. La temperatura del líquido dentro del recipiente 204 de reacción se ajustó para que fuera de aproximadamente 80 °C y se suministraron 6,4 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) al recipiente 204 de reacción de SUS desde el tanque 203 de almacenamiento a través de la línea 23 para llevar a cabo una reacción.

Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 99,7 %.

La línea 24 se abrió y el líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se relleno con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (1-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de

aproximadamente 43 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 237 g/h.

Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 237 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,6 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 150 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 87 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,2 % en peso de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico.

Etapa (1-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

Un aparato 501 de destilación de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (1-2) se calentó a 160 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 25,2 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 130 g/h.

Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 11 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 96,7 %.

Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias

adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 2]

- 5 Etapa (2-1): Producción de (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico

10 Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.394 g (16,8 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia, 1.596 g (3,5 mol) de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (Aldrich Corp., EE.UU.), en lugar de hexametileno diamina, y 6,8 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico se había formado a un rendimiento del 99,5 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se rellenó con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

20 Etapa (2-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

25 La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 43 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 237 g/h.

35 Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

40 La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 237 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,6 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 138 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 98 g/h.

45 Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 99,0 % en peso de (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico.

50 Etapa (2-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico

55 Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

60 El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (2-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 200 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 25,2 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

65

5 El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

15 El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 107 g/h.

25 Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 9 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de isofozona. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 96,5 %.

30 Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 3]

35 Etapa (3-1): Producción de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-biscarbámico

Se añadió acetilacetato ferroso al carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia 1 para preparar un carbonato de bis(3-metilbutilo) que contenía el 7,4 % de átomos de metal en forma de hierro. Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 2.917 g (14,4 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo), 753 g (3,8 mol) de la 4,4'-metilendianilina (Aldrich Corp., EE.UU.), en lugar de la hexametileno diamina, y 7,3 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-biscarbámico se había formado a un rendimiento del 99,1 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se relleno con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

50 Etapa (3-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

55 La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 270 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 48 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 222 g/h.

65 Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 237 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,6 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 102 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 120 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,5 % en peso de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-biscarbámico.

Etapa (3-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-biscarbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 6.

El aparato 701 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 1,3 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (3-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 701 de destilación de película fina a través de la línea 70 a la velocidad de aproximadamente 190 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 71 a la velocidad de aproximadamente 14 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 701 de destilación de película fina a través de la línea 73 y se circuló a la parte superior del aparato 701 de destilación de película fina a través de la línea 74. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 72.

El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 701 de destilación de película fina a través de la línea 72 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 702 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 76 y el recalentador 704. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 702 de destilación multifase continua fue de 200 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de 60 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 702 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 703 a través de la línea 75 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 77. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 78.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 78 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 705 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 81 y el recalentador 707. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 705 de destilación multifase continua fue de 210 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 705 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 706 a través de la línea 80 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 82. Se extrajo un componente líquido a partir de la línea 84.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 84 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 708 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 86 y el recalentador 710. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 708 de destilación multifase continua fue de 220 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 0,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 708 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 709 a través de la línea 85 y se extrajo de manera continua a través de la línea 87 a la velocidad de aproximadamente 105 g/h. El líquido extraído a partir de la línea 87 contenía aproximadamente el 99,9 % en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano. El rendimiento basado en la 4,4'-metilendianilina fue del 95,3 %. Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 701 de destilación de película fina.

[Ejemplo 4]

Etapa (4-1): Producción de carbamato de bis(3-metilbutil)-4,4'-metilen-diciclohexilo

5 Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.064 g (15,2 mol) del carbonato de bis(3-metilbutil) del Ejemplo de referencia, 1.778 g (3,7 mol) de la 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina) (Aldrich Corp., EE.UU.), en lugar de hexametileno diamina, y 7,1 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el carbamato de bis(3-metilbutil)-4,4'-metilen-diciclohexilo se había formado a un rendimiento del 99,0 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se rellenó con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

15 Etapa (4-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

20 La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 270 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 45 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 225 g/h.

30 Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

35 La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 225 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,6 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 111 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 114 g/h.

45 Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 99,1 % en peso de carbamato de bis(3-metilbutil)-4,4'-metilen-diciclohexilo.

50 Etapa (4-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-biscarbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 6.

55 El aparato 701 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó a aproximadamente 1,3 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (4-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 701 de destilación de película fina a través de la línea 70 a la velocidad de aproximadamente 200 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 71 a la velocidad de aproximadamente 14 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 701 de destilación de película fina a través de la línea 73 y se circuló a la parte superior del aparato 701 de destilación de película fina a través de la línea 74. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 72.

65 El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 701 de destilación de película fina a través de la línea 72 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 702 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la

separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 76 y el recalentador 704. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 702 de destilación multifase continua fue de 200 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de 60 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 702 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 703 a través de la línea 75 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 77. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 78.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 78 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 705 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 81 y el recalentador 707. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 705 de destilación multifase continua fue de 210 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 705 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 706 a través de la línea 80 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 82. Se extrajo un componente líquido a partir de la línea 84.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 84 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 708 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 86 y el recalentador 710. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 708 de destilación multifase continua fue de 220 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 0,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 708 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 709 a través de la línea 85 y se extrajo de manera continua a través de la línea 87 a la velocidad de aproximadamente 105 g/h. El líquido extraído a partir de la línea 87 contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de 4,4'-metilénbis(ciclohexilisocianato). El rendimiento basado en la 4,4'-metilénbis(ciclohexilamina) fue del 93,2 %. Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 701 de destilación de película fina. Cuando se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 30 días, se observó acumulación de las sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 701 de destilación de película fina.

[Ejemplo 5]

Etapa (5-1): Producción de bis(2-etilbutil) éster de ácido tolueno-2,4-dicarbámico

Se colocó el carbonato de bis(2-etilbutilo) del Ejemplo de referencia 3 en un matraz en forma de pera que tenía un volumen interno de 10 l, una válvula de tres vías, una columna de destilación rellena con Helipak n.º 3, una columna de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo y acoplada a un recolector de destilado y un termómetro se unieron al matraz en forma de pera y el interior del sistema se reemplazó con nitrógeno al vacío para llevar a cabo la purificación por destilación del carbonato de bis(2-etilbutilo). Cuando se llevó a cabo la medición de RMN-¹H sobre el producto de purificación por destilación, se halló que contenía aproximadamente el 99,9 % en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo). Además, este también contenía 0,003 ppm de átomos de metal en forma de hierro.

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.589 g (15,6 mol) del carbonato de bis(2-etilbutilo) anterior, en lugar de carbonato de bis(3-metilbutilo), 464 g (3,8 mol) de la 2,4-toluendiamina (Aldrich Corp., EE.UU.), en lugar de la hexametilén diamina, y 7,3 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(2-etilbutil) éster de ácido tolueno-2,4-dicarbámico se había formado a un rendimiento del 98,5 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se relleno con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (5-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 300 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 60 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la

línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 56 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 244 g/h.

5 Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

10 La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 244 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 0,7 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 138 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 106 g/h.

15 Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,9 % en peso de bis(2-etilbutil) éster de ácido tolueno-2,4-dicarbámico.

20 Etapa (5-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(2-etilbutil) éster de ácido tolueno-2,4-dicarbámico

25 Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

30 El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (5-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 190 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 15,7 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

35 El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

40 El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 83 g/h.

45 50 Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 16 g/h.

55 El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de 2,4-tolueno. El rendimiento basado en la 2,4-toluendiamina fue del 94,7 %.

60 Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias

adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 6]

5 Etapa (6-1): Producción de bis(2-etilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.483 g (15,1 mol) del carbonato de bis(2-etilbutilo) del Ejemplo de referencia 3, en lugar de carbonato de bis(3-metilbutilo), una mezcla de 418 g (3,6 mol) de hexametilén diamina y 368 g (3,8 mol) de 2-etil-1-butanol, en lugar de hexametilén diamina, y 6,9 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(2-etilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 99,5 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se rellenó con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (6-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

20 Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 270 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 60 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 69 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 201 g/h.

35 Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 201 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 0,7 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 115 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 86 g/h.

50 Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,3 % en peso de bis(2-etilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico.

Etapa (6-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(2-etilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

55 Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (6-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 270 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 22,7 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

65 El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52

se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 116 g/h.

Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 22 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 95,5 %.

Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 7]

Etapa (7-1): Producción de fenil éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 7.

Se suministraron 1.992 g (9,3 mol) del carbonato de difenilo del Ejemplo de referencia 6 a un recipiente 724 de reacción regulado fabricado de SUS y que tenía un volumen interno de 5 l desde el tanque 721 de almacenamiento a través de la línea A1 con la línea A4 cerrada y se suministraron 1.311 g (14,0 mol) del fenol al recipiente de reacción fabricado de SUS desde el tanque 722 de almacenamiento a través de la línea A2. La temperatura del líquido dentro del recipiente 724 de reacción se ajustó para que fuera de aproximadamente 50 °C y se suministraron 528 g (3,1 mol) de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina al recipiente 724 de reacción desde el tanque 723 de almacenamiento a través de la línea A3 a la velocidad de aproximadamente 250 g/h.

Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el fenil éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico se había formado a un rendimiento del 99,3 %.

La línea A4 se abrió y el líquido de reacción se transfirió al tanque 725 de almacenamiento a través de la línea A4.

Etapa (7-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el fenol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 300 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 60 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 155 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 145 g/h.

Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 145 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 0,4 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 55 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 90 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 99,1 % en peso de fenil éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico.

Etapa (7-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de fenil éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 220 °C y la presión en el interior se ajustó a aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (7-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 300 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 15 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,3 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 135 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 92 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de isoforona. El rendimiento basado en la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue del 95,3 %. Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película.

[Ejemplo 8]

Etapa (8-1): Producción de di(n-heptil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.445 g (13,3 mol) del carbonato de diheptilo del Ejemplo de referencia 4, en lugar de carbonato de bis(3-metilbutilo), 360 g (3,1 mol) de la hexametilén diamina y 6,0 g del metóxido de sodio

(solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el di(n-heptil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 98,9 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se rellenó con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (8-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 13 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 52 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 228 g/h.

Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 228 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 170 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 0,13 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 136 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 92 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,6 % en peso de di(n-heptil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico.

Etapa (8-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de di(n-heptil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (8-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 270 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 19,6 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

Un componente de fase gaseosa extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 107 g/h.

Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 21 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 94,9 %.

Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 9]

Etapa (9-1): Producción de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 2.687 g (13,3 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia, 1.407 g (3,5 mol) de la hexametileno diamina y 6,8 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 99,5 %.

Después de la apertura de la línea 24, el líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se relleno con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (9-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-2) del Ejemplo 1, con la excepción de alimentar de manera continua la mezcla recuperada en el tanque 206 de alimentación en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 300 g/h, extraer de manera continua un componente de fase líquida de la parte inferior de la columna al tanque 306 de almacenamiento a través de la línea 33 a la velocidad de aproximadamente 241 g/h y alimentar de manera continua la mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 241 g/h. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 123 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 118 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,5 % en peso de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico.

Etapa (9-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

Un aparato 501 de destilación de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-3) del Ejemplo 1, con la excepción de calentar la mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (9-2) a 200 °C, suministrar a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h y alimentar el dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 25,3 g/h. Se extrajo un líquido en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62 a la

velocidad de aproximadamente 107 g/h.

Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 82 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 79,6 %.

Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 10]

Etapa (10-1): Producción de carbamato de bis(3-metilbutil)-4,4'-metileno-diciclohexilo

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.272 g (16,2 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia, 1.757 g (3,6 mol) de la 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina), en lugar de hexametileno diamina, y 6,9 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el carbamato de bis(3-metilbutil)-4,4'-metileno-diciclohexilo se había formado a un rendimiento del 98,9 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se rellenó con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (10-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 44 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 236 g/h.

Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 236 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,6 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 127 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 109 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 99,0 % en peso de carbamato de bis(3-metilbutil)-4,4'-metileno-diciclohexilo.

Etapa (10-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de carbamato de bis(3-metilbutil)-4,4'-metileno-diciclohexilo

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 8.

La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (10-2) se calentó a 170 °C y se alimentó a la fase intermedia de la columna 801 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm)

y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a través de la línea B0 a la velocidad de aproximadamente 220 g/h, al mismo tiempo que se alimentaba el dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea B1 a la velocidad de 15,7 g/h para llevar a cabo una reacción de descomposición térmica. La cantidad de calor requerida para la reacción de descomposición térmica se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea B3 y el recalentador 803. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 801 de destilación multifase continua fue de 280 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 15 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 801 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 802 a través de la línea B2 y se extrajo de manera continua a partir de la línea B4. Se recuperó un componente de fase líquida de la parte inferior de la columna 801 de destilación multifase continua a través de la línea B3.

Un componente de fase líquida extraído a través de la línea B6 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 804 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea B8 y el recalentador 806. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 804 de destilación multifase continua fue de 220 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 5,2 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 804 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 805 a través de la línea B7 y se extrajo de manera continua a partir de la línea B9. Se recuperó un componente de fase líquida de la parte inferior de la columna 804 de destilación multifase continua a través de la línea B8 y la línea B11.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea B8 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 807 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea B14 y el recalentador 809. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 807 de destilación multifase continua fue de 220 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 0,40 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 807 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 808 a través de la línea B12 y se extrajo de manera continua a través de la línea B13. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 108 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea B13 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de 4,4'-metilen-bis(ciclohexilisocianato). El rendimiento basado en la 4,4'-metilenbis(ciclohexilamina) fue del 82,2 %. Cuando se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, se observó acumulación de las sustancias adheridas en el interior de la columna 801 de destilación multifase continua.

[Ejemplo 11]

Etapa (11-1): Producción de bis(2-etilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.547 g (15,4 mol) del carbonato de bis(2-etilbutilo) del Ejemplo de referencia 3, en lugar de carbonato de bis(3-metilbutilo), 407 g (3,5 mol) de la hexameten diamina y 6,8 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(2-etilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 99,1 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se relleno con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (11-2): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(2-etilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento en la Etapa (11-1) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 790 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 21,9 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 112 g/h.

Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 182 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 88,2 %.

Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 12]

Etapa (12-1): Producción de (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.224 g (16,0 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia, 1.647 g (3,8 mol) de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, en lugar de hexametileno diamina, y 7,3 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico se había formado a un rendimiento del 98,8 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se relleno con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (12-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 48 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 232 g/h.

Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 237 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 200 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 7,9 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 123 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 109 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 84,0 % en peso de (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico.

Etapa (12-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (12-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 200 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 25,2 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

El componente de fase gaseosa extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 90,0 g/h.

Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo un componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 44 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de isoforona. El rendimiento basado en la hexametilén diamina fue del 81,5 %.

Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 13]

Etapa (13-1): Producción de bis(2-etilhexil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

5 Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.609 g (12,6 mol) del carbonato de bis(2-etilhexilo) del Ejemplo de referencia 5, en lugar de carbonato de bis(3-metilbutilo), 349 g (3,0 mol) de la hexametilen diamina y 5,8 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(2-etilhexil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 98,5 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se rellenó con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

15 Etapa (13-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

20 La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 300 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 13 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 58 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 242 g/h.

30 Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

35 La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 219 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 210 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 0,13 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 145 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 98 g/h.

45 Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 73,9 % en peso de bis(2-etilhexil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico.

50 Etapa (13-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(2-etilhexil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

55 El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (13-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 270 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 22,7 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

65 El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la

separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 75,1 g/h.

Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 82 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 70,9 %.

Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 14]

Etapa (14-1): Producción de dibutil éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.293 g (18,9 mol) del carbonato de dibutilo del Ejemplo de referencia 2, en lugar de carbonato de bis(3-metilbutilo), 523 g (4,5 mol) de la hexametileno diamina y 8,7 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el di(n-butil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 98,8 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se relleno con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (14-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 290 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 50 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 240 g/h.

Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 240 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua

fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,3 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 132 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 108 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,5 % en peso de di(n-butil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico.

Etapa (14-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de di(n-butil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (14-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 260 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 25,6 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

El componente de fase gaseosa extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 75,1 g/h.

Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 104 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 75,1 %.

Cuando se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 48 horas, se observó acumulación de las sustancias adheridas sobre las paredes de la parte superior y los lados del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 15]

Etapa (15-1): Producción de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se usó un aparato como el mostrado en la FIG. 10.

Se suministró una mezcla de 639 g (5,5 mol) de hexametileno diamina y 64 g de agua a un recipiente 1004 de reacción regulado fabricado de SUS y que tenía un volumen interno de 5 l a partir del tanque 1001 de almacenamiento a través de la línea D1 con la línea D4 cerrada. La temperatura del líquido dentro del recipiente 1004 de reacción se ajustó para que fuera de aproximadamente 80 °C y la presión dentro del recipiente 1004 de reacción se redujo a 30 KPa para

retirar por destilación el agua. El agua se condensó en el condensador 1007 y se extrajo a través de la línea D6.

Se suministraron 3.333 g (16,5 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia 1 a partir del tanque 1002 de almacenamiento al recipiente 1004 de reacción a través de la línea D2 y la temperatura del líquido dentro del recipiente 1004 de reacción se ajustó a aproximadamente 80 °C. Se suministraron 6,4 g de metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) a partir del tanque 1003 de almacenamiento al recipiente 1004 de reacción de SUS a través de la línea D3 para llevar a cabo una reacción.

Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 99,7 %.

Después de la apertura de la línea D4, el líquido de reacción se suministró a la columna 1005 que se rellenó con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 1006 de almacenamiento a través de la línea D5.

Etapa (15-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

La mezcla recuperada en el tanque 1006 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 67 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 213 g/h.

Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 213 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,6 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 78 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 135 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,2 % en peso de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico.

Etapa (15-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(3-metil-butil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

Un aparato 501 de destilación de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (15-2) se calentó a 160 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 25,2 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se circuló a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52

se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 131 g/h.

Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 11 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 97,2 %.

Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 16]

Etapa (16-1): Producción de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico

Se colocó el carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia 1 en un matraz en forma de pera que tenía un volumen interno de 10 l, una válvula de tres vías, una columna de destilación rellena con Helipak n.º 3, una columna de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo y acoplada a un recolector de destilado y un termómetro se unieron al matraz en forma de pera y el interior del sistema se reemplazó con nitrógeno al vacío para llevar a cabo la purificación por destilación del carbonato de bis(3-metilbutilo). El matraz se enfrió para finalizar la purificación por destilación cuando se obtuvo un destilado igual a aproximadamente dos tercios la cantidad cargada. Cuando se llevó a cabo la medición de RMN-¹H sobre el producto de purificación por destilación, se halló que contenía aproximadamente el 99,9 % en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo). Además, los átomos de metal en forma de hierro, cobalto, níquel, zinc, estaño, cobre y titanio contenidos en el destilado estaban por debajo del límite de detección (0,001 ppm).

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.535 g (17,5 mol) del destilado recuperado en forma de carbonato de bis(3-metilbutilo), 407 g (3,5 mol) de la hexametileno diamina y 6,8 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 94,0 %.

La línea 24 se abrió y el líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se relleno con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

* Etapa (16-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-2) del Ejemplo 1, con la excepción de alimentar de manera continua la mezcla recuperada en el tanque 206 de alimentación en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h, extraer de manera continua un componente de fase líquida de la parte inferior de la columna al tanque 306 de almacenamiento a través de la línea 33 a la velocidad de aproximadamente 239 g/h y alimentar de manera continua la mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua a partir de la línea 41

a la velocidad de aproximadamente 239 g/h. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 157 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 82 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,4 % en peso de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico.

Etapa (16-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(3-metil-butil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

Un aparato 501 de destilación de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-3) del Ejemplo 1, con la excepción de calentar la mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (16-2) a 200 °C, suministrar a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h y alimentar el dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 25,3 g/h. Se extrajo un líquido en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 131 g/h.

Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 77 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno. El rendimiento basado en la hexametilén diamina fue del 91,7 %.

Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 17]

Etapa (17-1): Producción de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se añadió acetilacetato ferroso al carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia 1 para preparar un carbonato de bis(3-metilbutilo) que tenía un contenido de átomos de metal en forma de hierro del 11 %. Se llevó a cabo el mismo proceso que el de la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de suministrar 3.434 g (17,0 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo), 395 g (3,5 mol) de la hexametilén diamina y 6,6 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 92,0 %.

La línea 24 se abrió y el líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se rellenó con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (17-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-2) del Ejemplo 1, con la excepción de alimentar de manera continua la mezcla recuperada en el tanque 206 de alimentación en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h, extraer de manera continua un componente de fase líquida de la parte inferior de la columna al tanque 306 de almacenamiento a través de la línea 33 a la velocidad de aproximadamente 240 g/h y alimentar de manera continua la mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 240 g/h. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 160 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 80 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía

líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,1 % en peso de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico.

5 Etapa (17-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(3-metil-butil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

10 Un aparato 501 de destilación de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-3) del Ejemplo 1, con la excepción de calentar la mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (17-2) a 200 °C, suministrar a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h y alimentar el dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 25,2 g/h. Se extrajo un líquido en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 127 g/h.

20 Después del funcionamiento durante 40 horas, se extrajo el componente de fase líquida en el tanque 510 de almacenamiento a partir de la línea 64 a la velocidad de aproximadamente 85 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno. El rendimiento basado en la hexametilén diamina fue del 87,5 %.

25 Aunque se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 días, no se observó ninguna acumulación de sustancias adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplo 18]

30 Etapa (18-1): Producción de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se llevo a cabo el mismo proceso que el de la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de suministrar 2.969 g (14,7 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia, 1.488 g (4,2 mol) de la hexametilén diamina y 8,1 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 99,1 %.

40 La línea 24 se abrió y el líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se rellenó con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

Etapa (18-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

45 Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-2) del Ejemplo 1, con la excepción de alimentar de manera continua la mezcla recuperada en el tanque 206 de alimentación en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 300 g/h, extraer de manera continua un componente de fase líquida de la parte inferior de la columna al tanque 306 de almacenamiento a través de la línea 33 a la velocidad de aproximadamente 221 g/h y alimentar de manera continua la mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 221 g/h. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 104 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 117 g/h.

60 Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 98,7 % en peso de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico.

Etapa (18-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de difenil éster de ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 11.

65 El recipiente 1104 de reacción fabricado de SUS y que tenía la misma forma que el recipiente 202 de reacción de SUS

de la FIG. 2 se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. El bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico extraído en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (18-2) se suministró al recipiente 1104 de reacción a la velocidad de 280 g/h y el dilaurato de estaño de dibutilo se suministró de manera simultánea a partir del tanque 1102 de almacenamiento a través de la línea E2 al recipiente 1104 de reacción a la velocidad de 25,3 g/h. Un componente de fase gaseosa se extrajo a partir de la línea E4 y el componente de fase gaseosa se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 1105 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea E6 y el recalentador 1108. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 1105 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 15 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 1102 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 1107 a través de la línea E5 y se extrajo de manera continua a partir de la línea E7. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea E9 de la columna 1105 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea E4.

El componente de fase líquida extraído a partir de la línea E9 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 1106 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea E11 y el recalentador 1112. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 1106 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 1106 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 1110 a través de la línea E10 y se extrajo de manera continua en el tanque 1111 de almacenamiento a través de la línea E12 a la velocidad de aproximadamente 88 g/h. El líquido recuperado en el tanque 1111 de almacenamiento fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexanodilo. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 64,4 %.

30 Cuando se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 10 horas, se observó acumulación de las sustancias adheridas sobre las paredes del recipiente 1104 de reacción.

[Ejemplo 19] Limpieza de recipiente de reacción

35 Se llevó a cabo un procedimiento de limpieza sobre el aparato 701 de destilación de película fina en el que se observó la acumulación de las sustancias adheridas en el Ejemplo 4. El aparato 701 de destilación de película fina se calentó a 180 °C y el interior del aparato 701 de destilación de película fina se reemplazó con una atmósfera de nitrógeno a presión atmosférica. Se suministró fenol a partir de la línea 70 a la velocidad de aproximadamente 1.200 g/h, se extrajo a partir de la línea 83 y se recuperó un componente de fase líquida a partir de la línea 89 en el tanque 711 de almacenamiento. Cuando se llevó a cabo este procedimiento durante 1 hora, no se observaron sustancias adheridas sobre el interior del aparato 701 de destilación de película fina.

[Ejemplos 20 a 27]

45 Se llevó a cabo el procedimiento del Ejemplo 4 de manera continua y se usaron diversos disolventes de limpieza cada 30 días para llevar a cabo el procedimiento de limpieza usando el mismo método que el Ejemplo 19. Aquellos resultados se muestran en la Tabla 1.

[Ejemplo comparativo 1]

50 Etapa (A-1): Producción de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 9.

55 Se suministraron 2.909 g (14,4 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia 1 a un recipiente 904 de reacción regulado fabricado de SUS y que tenía un volumen interno de 5 l desde el tanque 901 de almacenamiento a través de la línea C1 con las líneas C4 y C6 cerrada y se suministraron 349 g (3,0 mol) de la hexametileno diamina al recipiente 904 de reacción desde el tanque 902 de almacenamiento a través de la línea C2. La temperatura del líquido dentro del recipiente 904 de reacción se ajustó a aproximadamente 80 °C y se suministraron 8,7 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %) al recipiente 904 de reacción fabricado de SUS desde el tanque 903 de almacenamiento a través de la línea C3 para llevar a cabo una reacción.

60 Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 99,0 %.

65 La línea C4 se abrió y el líquido de reacción se suministró a la columna 905 que se relleno con una resina de

intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 906 de almacenamiento a través de la línea C5.

5 Etapa (A-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

10 La mezcla recuperada en el tanque 906 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. La cantidad de calor requerida para la reacción y la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 44 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 236 g/h.

20 Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

25 La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 236 g/h. La cantidad de calor requerida para la reacción y la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,6 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 146 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 90 g/h.

35 Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 97,6 % en peso de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico.

40 Etapa (A-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

45 Después del cierre de la línea 54, el aparato 501 de destilación de película fina (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (A-2) se calentó a 160 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 25,1 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se recuperó en el tanque 510 de almacenamiento a través de la línea 54. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

55 El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

65 El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de

la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62.

10 Etapa (A-4): Producción continua de éster de ácido carbámico

Se llevó a cabo la producción de éster de ácido carbámico de manera continua usando un aparato como el mostrado en la FIG. 9.

15 Se suministraron aproximadamente 220 g de la mezcla extraída a partir del tanque 510 de almacenamiento al recipiente 904 de reacción a través de la línea C5 con la línea C4 cerrada, se suministraron 2.909 g (14,4 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo) al recipiente 904 de reacción regulado fabricado de SUS y que tenía un volumen interno de 5 l a partir del tanque 901 de almacenamiento a través de la línea C1 y se suministraron 349 g (3,0 mol) de la hexameten diamina al recipiente 904 de reacción a partir del tanque 902 de almacenamiento a través de la línea C2.
20 La temperatura del líquido dentro del recipiente 904 de reacción se ajustó a aproximadamente 80 °C y se suministraron 8,7 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %) al recipiente 904 de reacción fabricado de SUS desde el tanque 903 de almacenamiento a través de la línea C3 para llevar a cabo una reacción. Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico se había formado a un rendimiento del 92,0 % basado en la hexameten diamina suministrada.
25

La línea C4 se abrió y el líquido de reacción se suministró a la columna 905 que se rellenó con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 906 de almacenamiento a través de la línea C5.
30

Etapa (A-5): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

35 La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. La cantidad de calor requerida para la reacción y la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 39 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 241 g/h.
40
45

Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

50 La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 241 g/h. La cantidad de calor requerida para la reacción y la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,6 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 144 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 97 g/h.
55
60

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 94,3 % en peso de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico.
65

Etapa (A-6): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de bis(3-metilbutil) éster de ácido N,N'-

hexanodiil-bis-carbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

5 Después del cierre de la línea 54, El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (A-5) se calentó a 160 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 24,2 g/h. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 53 y se recuperó en el tanque 510 de almacenamiento a través de la línea 64. Se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52.

15 El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

25 El componente de fase líquida extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase líquida. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. El líquido se recuperó a partir de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 38,7 g/h y el líquido contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de hexametileno.

40 Cuando se llevó a cabo el funcionamiento de manera continua durante 10 días mediante la repetición de las Etapas (A-4) a (A-6) anteriores, se observó acumulación de las sustancias adheridas sobre las paredes del recipiente 904 de reacción, la columna 905, el tanque 906 de almacenamiento, el aparato 501 de destilación de película fina, el tanque 510 de almacenamiento y las líneas que conectan estos componentes.

[Ejemplo comparativo 2]

45 Etapa (B-1): Producción de (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico

50 Se llevó a cabo un proceso de la misma manera que en la Etapa (1-1) del Ejemplo 1, con la excepción de llevar a cabo la reacción mediante el suministro de 3.394 g (16,8 mol) del carbonato de bis(3-metilbutilo) del Ejemplo de referencia, 1.596 g (3,5 mol) de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, en lugar de hexametileno diamina, y 6,8 g del metóxido de sodio (solución de metanol al 28 %). Como resultado del análisis de la solución después de la reacción mediante cromatografía líquida, se halló que el (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metil-butiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico se había formado a un rendimiento del 99,5 %. El líquido de reacción se suministró a la columna 205 que se relleno con una resina de intercambio iónico ácida (Amberlyst-15, esférica, Rohm y Haas Co., EE.UU.) ajustada mediante la retirada de la humedad y que se calentó a 80 °C mediante una camisa externa para neutralizar el metóxido de sodio. A continuación, se transfirió la solución al tanque 206 de almacenamiento a través de la línea 25.

60 Etapa (B-2): Retirada de componente de bajo punto de ebullición

Se retiró el alcohol usando un aparato como el mostrado en la FIG. 3.

65 La mezcla recuperada en el tanque 206 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 301 a la fase intermedia de la columna 302 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 31 a la velocidad de aproximadamente 280 g/h. La cantidad de calor requerida para la

destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 33 y el recalentador 304. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 302 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 70 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 302 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 303 a través de la línea 32 y se extrajo de manera continua en el tanque 305 de almacenamiento a partir de la línea 34 a la velocidad de aproximadamente 43 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 33 en el tanque 306 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 237 g/h.

Se retiró el éster de ácido carbónico usando un aparato como el mostrado en la FIG. 4.

La mezcla recuperada en el tanque 306 de almacenamiento se alimentó de manera continua en un estado líquido a través del precalentador 401 a la fase intermedia de la columna 402 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una longitud de columna de 2 m a partir de la línea 41 a la velocidad de aproximadamente 237 g/h. La cantidad de calor requerida para la destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 43 y el recalentador 404. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 402 de destilación multifase continua fue de 160 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 2,6 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 402 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 403 a través de la línea 42 y se extrajo de manera continua en el tanque 405 de almacenamiento a partir de la línea 44 a la velocidad de aproximadamente 138 g/h. El líquido se extrajo de manera continua de la parte inferior de la columna a través de la línea 43 en el tanque 406 de almacenamiento a la velocidad de aproximadamente 98 g/h.

Como resultado del análisis de la mezcla extraída en el tanque 406 de almacenamiento mediante cromatografía líquida, se halló que la mezcla contenía aproximadamente el 99,0 % en peso de (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico.

Etapa (B-3): Producción de isocianato mediante la descomposición térmica de (3-metilbutil) éster de ácido 3-((3-metilbutiloxi)carbonilamino-metil-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico

Se llevó a cabo una reacción usando un aparato como el mostrado en la FIG. 5.

El aparato 501 de destilación de película fina que tenía un área superficial conductora de calor de 0,1 m² se calentó a 270 °C y la presión en el interior se ajustó para que fuera de aproximadamente 0,13 KPa. La mezcla recuperada en el tanque 406 de almacenamiento en la Etapa (B-2) se calentó a 170 °C y se suministró a la parte superior del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 50 a la velocidad de aproximadamente 200 g/h. Además, se alimentó dilaurato de estaño de dibutilo a partir de la línea 51 a la velocidad de aproximadamente 25,2 g/h y se extrajo un componente de fase gaseosa a partir de la línea 52. Casi ningún componente de fase líquida se recuperó de la parte inferior del aparato 501 de destilación de película fina.

El componente de fase gaseosa extraído a partir del aparato 501 de destilación de película fina a través de la línea 52 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 502 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 56 y el recalentador 504. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 502 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 50 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 502 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 503 a través de la línea 55 y se extrajo de manera continua a partir de la línea 57. Se extrajo un componente de fase líquida a partir de la línea 59 de la columna 502 de destilación multifase continua en una localización inferior a la línea 52.

El componente de fase gaseosa extraído a partir de la línea 59 se alimentó de manera continua a la fase intermedia de la columna 505 de destilación multifase continua rellena con un relleno Dickson (diámetro: 6 mm) y que tenía un diámetro interno de 5 cm y una longitud de columna de 2 m para llevar a cabo la separación por destilación del componente de fase gaseosa. La cantidad de calor requerida para la separación por destilación se suministró mediante la circulación del líquido en la parte inferior de la columna a través de la línea 61 y el recalentador 507. La temperatura del líquido en la parte inferior de la columna 505 de destilación multifase continua fue de 150 °C y la presión en la parte superior de la columna fue de aproximadamente 1,5 KPa. El gas destilado de la parte superior de la columna 505 de destilación multifase continua se condensó en el condensador 506 a través de la línea 60 y se extrajo de manera continua en el tanque 509 de almacenamiento a través de la línea 62. La cantidad extraída en el estado estacionario fue de aproximadamente 101 g/h.

El líquido extraído a partir de la línea 62 fue una solución que contenía aproximadamente el 99,8 % en peso de diisocianato de isofozona. El rendimiento basado en la hexametileno diamina fue del 91,5 %.

Cuando se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 24 horas, se observó acumulación de las sustancias

adheridas sobre las paredes del aparato 501 de destilación de película fina.

[Ejemplos comparativos 3 a 5]

- 5 Se llevó a cabo el procedimiento del Ejemplo 4 de manera continua y se usaron diversos disolventes de limpieza cada 30 días para llevar a cabo el procedimiento de limpieza usando el mismo método que el Ejemplo 15. Aquellos resultados se muestran en la Tabla 1.

[Tabla 1]

10

Tabla 1. Resultados de llevar a cabo el procedimiento de limpieza

	Temperatura en el aparato de destilación de película fina	Disolvente de limpieza	Velocidad de suministro del disolvente de limpieza	Tiempo de limpieza	Resultados
Ejemplo 20	200 °C	2,6-dimetilfenol	1.000 g/h	2 h	○
Ejemplo 21	210 °C	2,4,6-trimetilfenol	800 g/h	2 h	○
Ejemplo 22	250 °C	2-fenilfenol	1.000 g/h	3 h	○
Ejemplo 23	280 °C	2,4(α,α-dimetilbencil) fenol	1.200 g/h	1 h	○
Ejemplo 24	200 °C	4-etoxifenol	1.100 g/h	2 h	○
Ejemplo 25	270 °C	4-dodecilfenol	1.300 g/h	1 h	○
Ejemplo 26	200 °C	Ácido salicílico	800 g/h	2 h	○
Ejemplo 27	220 °C	Ácido benzoico	800 g/h	4 h	○
Ej. comp. 3	200 °C	n-dodecano	1.000 g/h	4 h	×
Ej. comp. 4	200 °C	Naftaleno	1.000 g/h	4 h	×
Ej. comp. 5	180 °C	1-fenil etanol	1.000 g/h	4 h	×

○: No se observaron sustancias adheridas después del procedimiento de limpieza
 ×: Se observaron sustancias adheridas después del procedimiento de limpieza

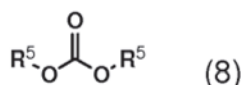
Aplicabilidad industrial

- 15 Puesto que el proceso de producción de isocianato de acuerdo con la presente invención permite que el isocianato se produzca de manera eficaz sin usar fosgeno altamente tóxico, el proceso de producción de la presente invención resulta altamente útil a escala industrial y tiene alto valor comercial.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la producción de un isocianato mediante el sometimiento de un éster de ácido carbámico a una reacción de descomposición térmica, que comprende las etapas de:

- 5 recuperar un componente de bajo punto de ebullición en forma de un componente de fase gaseosa de un recipiente de reacción de descomposición térmica en el que se lleva a cabo la reacción de descomposición térmica; recuperar un componente de fase líquida que contiene el éster de ácido carbámico de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica; y
- 10 suministrar todo o una parte del componente de fase líquida a la parte superior del recipiente de reacción de descomposición térmica, en el que el éster de ácido carbámico es un éster de ácido carbámico producido mediante la reacción de un éster de ácido carbónico con un compuesto de amina,
- 15 en el que el éster de ácido carbónico es un compuesto representado mediante la siguiente Fórmula (8):



- 20 en la que R⁵ representa un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, en el que el éster de ácido carbónico contiene un átomo de metal de 0,001 ppm al 10 % y en el que el átomo de metal es hierro.

2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el éster de ácido carbámico se suministra al recipiente de reacción de descomposición térmica dentro de un intervalo de temperatura de 50 a 180 °C.

3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el éster de ácido carbámico se suministra al recipiente de reacción de descomposición térmica en forma de un líquido.

4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el recipiente de reacción para la producción del éster de ácido carbámico y el recipiente de reacción de descomposición térmica pueden ser los mismos o diferentes y el recipiente de reacción para la producción de éster de ácido carbámico y el recipiente de reacción de descomposición térmica son al menos un recipiente de reacción seleccionado del grupo que consiste en un recipiente de reacción de tipo columna y un recipiente de reacción de tipo tanque.

5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el recipiente de reacción de descomposición térmica se compone de al menos un recipiente de reacción seleccionado del grupo que consiste en un evaporador, una columna de destilación multifase continua, una columna rellena, un evaporador de película fina y un evaporador de película descendente.

6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la reacción de descomposición térmica se lleva a cabo en una fase líquida.

7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que una mezcla, en la que todo o una parte de un compuesto de hidroxilo y/o todo o una parte del éster de ácido carbónico se ha separado de una mezcla que contiene el éster de ácido carbámico producido mediante la reacción de un éster de ácido carbónico y un compuesto de amina, se suministra a un aparato de reacción de descomposición térmica.

8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la separación se lleva a cabo mediante la separación por destilación y la separación por destilación se lleva a cabo a 180 °C o menos.

9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que todo o una parte del componente de fase líquida recuperado de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica se suministra a la parte superior del recipiente de reacción de descomposición térmica dentro de un intervalo de temperatura de 50 a 180 °C.

10. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el éster de ácido carbónico se usa en una relación estequiométrica de 1 vez o más basándose en los grupos amino que constituyen el compuesto de amina.

11. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende, adicionalmente, limpiar un subproducto de alto punto de ebullición adherido al recipiente de reacción de descomposición térmica, con un ácido.

12. El proceso de acuerdo con la reivindicación 11, en el que el ácido es un compuesto de hidroxilo aromático.

13. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que R⁵ en el éster de ácido carbónico representa un grupo alquilo que tiene de 5 a 7 átomos de carbono.

14. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el compuesto de amina es un compuesto representado mediante la siguiente Fórmula (2):



en la que R^2 representa un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, conteniendo el grupo anterior un átomo seleccionado de los átomos de carbono y oxígeno y teniendo una valencia igual a n, y n representa un número entero de 2 a 10.

15. El proceso de acuerdo con la reivindicación 14, en el que el compuesto de amina es un compuesto de diamina representado mediante la Fórmula (2) en la que n es 2.

16. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que un componente de bajo punto de ebullición se suministra a una columna de destilación en forma de un componente gaseoso a partir del componente de bajo punto de ebullición formado mediante la reacción de descomposición térmica y recuperado en forma de un componente de fase gaseosa y un compuesto de hidroxí que se origina a partir del éster de ácido carbámico y un isocianato que se origina a partir del éster de ácido carbámico se separan en la columna de destilación.

17. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que un compuesto de hidroxí que se origina a partir del éster de ácido carbámico y un isocianato que se origina a partir del éster de ácido carbámico se recuperan por separado a partir de un componente de bajo punto de ebullición formado mediante la reacción de descomposición térmica y recuperado en forma de un componente gaseoso mediante un evaporador de película fina.

18. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el isocianato se recupera a partir del componente de fase líquida mediante la separación por destilación.

19. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que R^5 en el éster de ácido carbónico en la Fórmula (8) representa un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y el éster de ácido carbónico se produce de acuerdo con un proceso que comprende las siguientes Etapas (1) y (2):

Etapas (1): obtener una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo mediante la reacción de un compuesto de estaño orgánico que tiene un enlace de estaño-oxígeno-carbono y dióxido de carbono; y

Etapas (2): obtener un carbonato de dialquilo y un líquido de residuo mediante la separación de la mezcla de reacción.

20. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que R^5 en el éster de ácido carbónico en la Fórmula (8) representa un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono y el éster de ácido carbónico se produce de acuerdo con un proceso que comprende la siguiente Etapa (3), además de las Etapas (1) y (2):

Etapas (3): obtener un carbonato de diarilo mediante la reacción del carbonato de dialquilo separado en la Etapa (2) y un Compuesto A de hidroxí aromático, seguida de la recuperación de un alcohol de subproducto.

21. El proceso de acuerdo con la reivindicación 19 o 20, en el que el éster de ácido carbónico es un éster de ácido carbónico producido mediante un proceso que comprende las siguientes Etapas (4) y (5), además de las Etapas (1) y (2) o las Etapas (1) a (3):

Etapas (4): formar un compuesto de estaño orgánico que tiene un enlace de estaño-oxígeno-carbono y agua mediante la reacción del líquido de residuo obtenido en la Etapa (2) con un alcohol, seguida de la retirada del agua de un sistema de reacción; y

Etapas (5): reutilizar el compuesto de estaño orgánico que tiene el enlace de estaño-oxígeno-carbono obtenido en la Etapa (4) como el compuesto de estaño orgánico que tiene el enlace de estaño-oxígeno-carbono de la Etapa (1).

22. El proceso de acuerdo con la reivindicación 21, en el que el alcohol recuperado en la Etapa (3) se reutiliza como el alcohol de la Etapa (4).

23. El proceso de acuerdo con la reivindicación 21, en el que en caso de que el compuesto de hidroxí sea un alcohol, este se usa como el alcohol de la Etapa (4), mientras que, en caso de que el compuesto de hidroxí sea un compuesto de hidroxí aromático, este se usa como el Compuesto A de hidroxí aromático de la Etapa (3).

24. El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el éster de ácido carbónico separado se reutiliza como éster de ácido carbónico.

25. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la reacción de descomposición térmica del éster de ácido carbámico se lleva a cabo en ausencia de un disolvente.

26. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el suministro del compuesto de amina al recipiente de reacción en el que se hacen reaccionar el éster de ácido carbónico y el compuesto de amina se lleva a cabo en un estado líquido.
- 5 27. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el suministro del compuesto de amina al recipiente de reacción en el que se hacen reaccionar el éster de ácido carbónico y el compuesto de amina se lleva a cabo en forma de una mezcla con alcohol, agua o éster de ácido carbónico.

FIG. 1

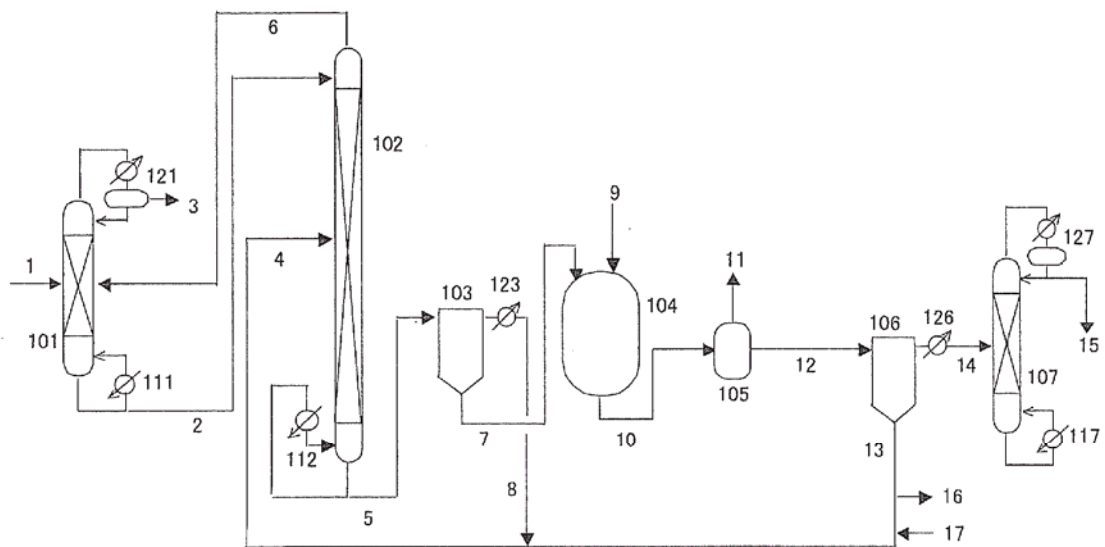


FIG. 2

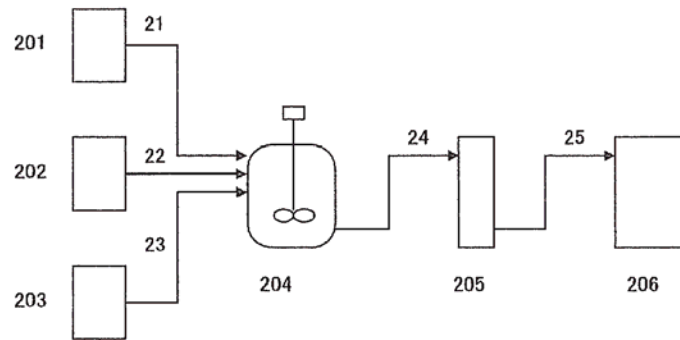


FIG. 3

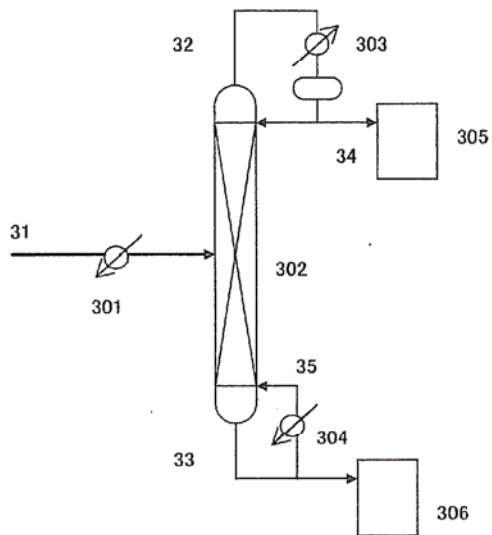


FIG. 4

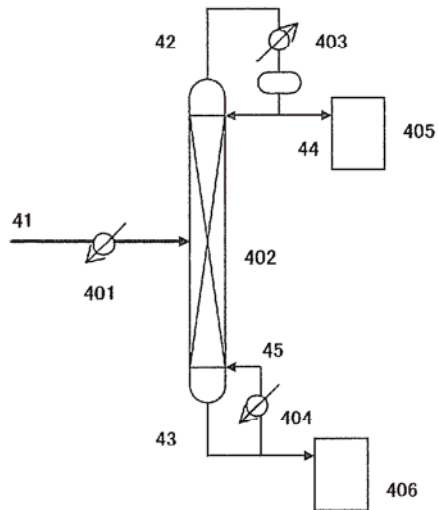


FIG. 5

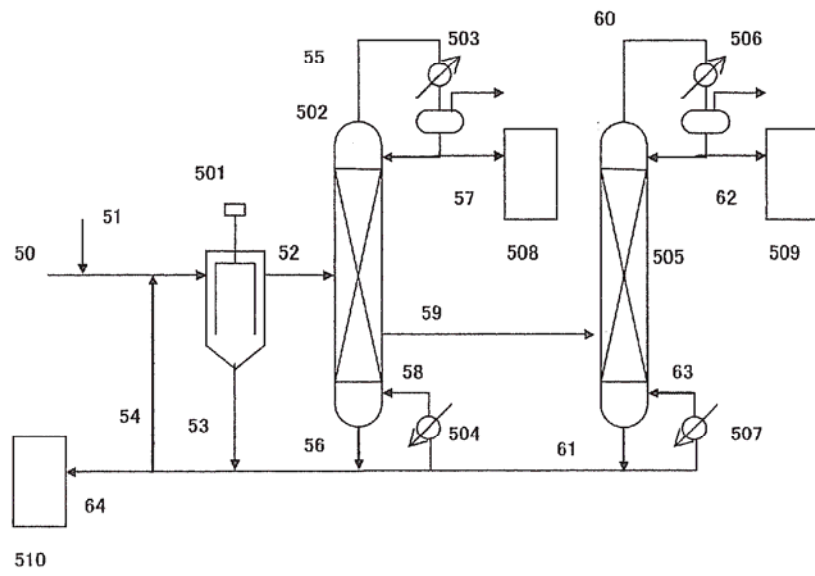


FIG. 6

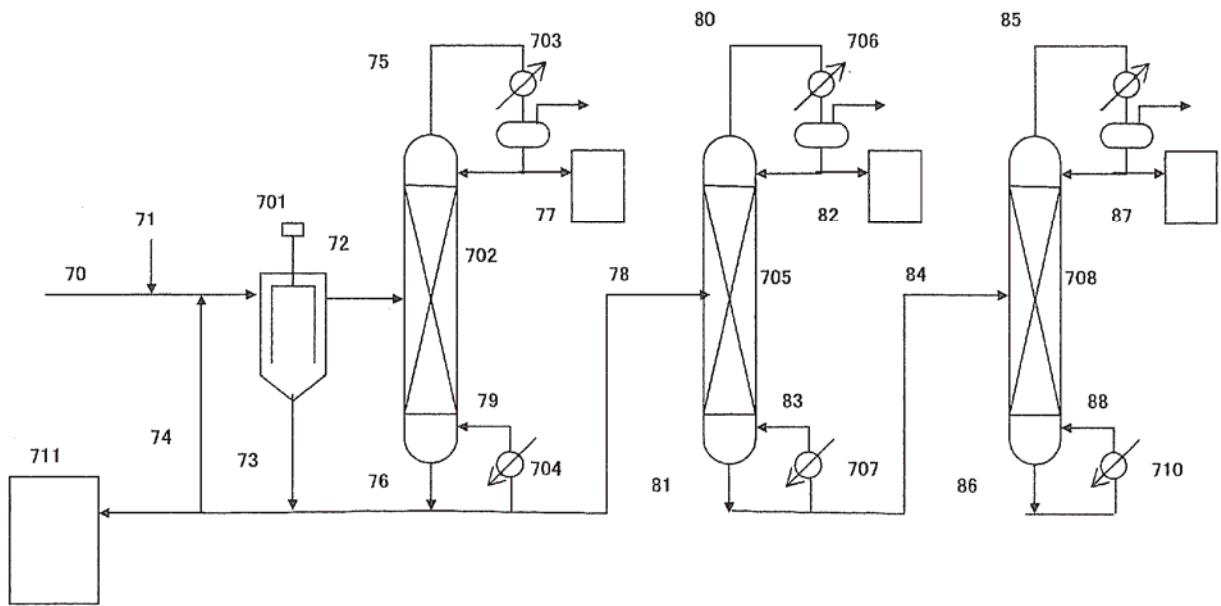


FIG. 7

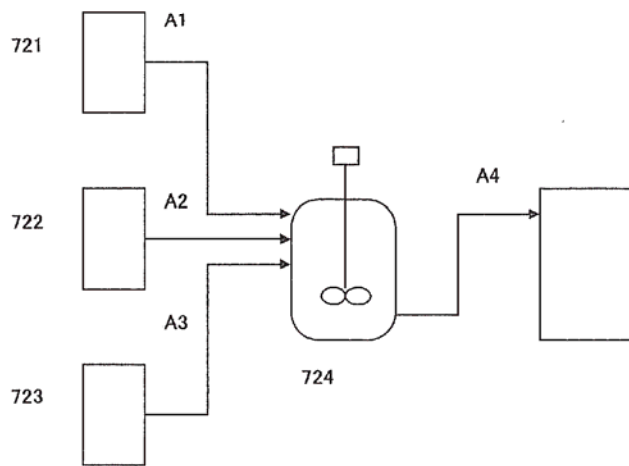


FIG. 8

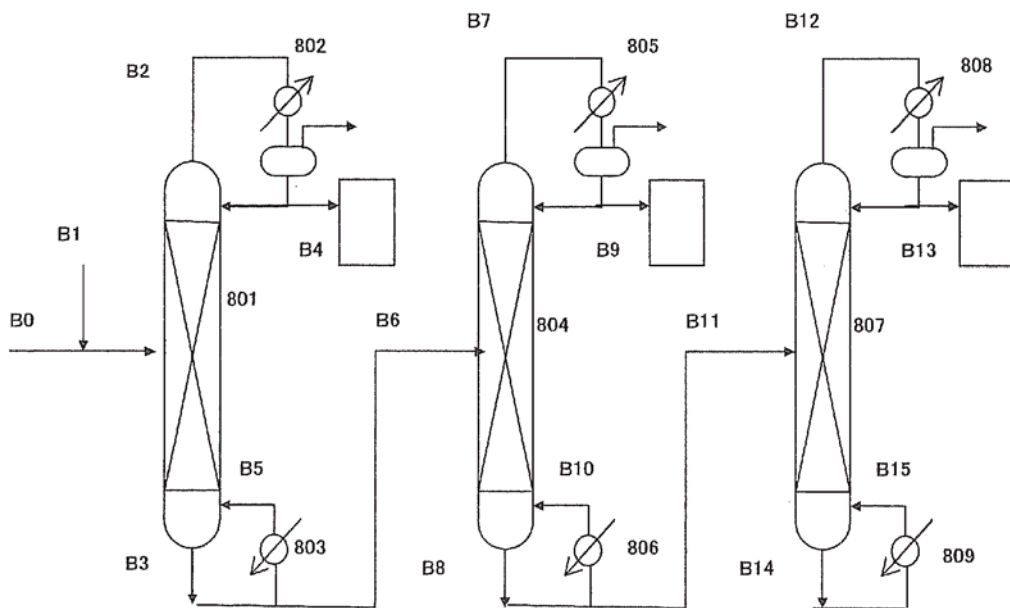


FIG. 9

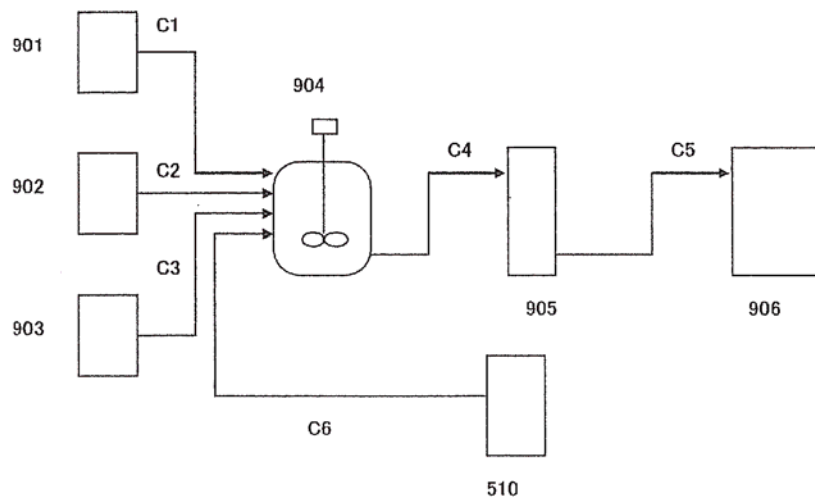


FIG. 10

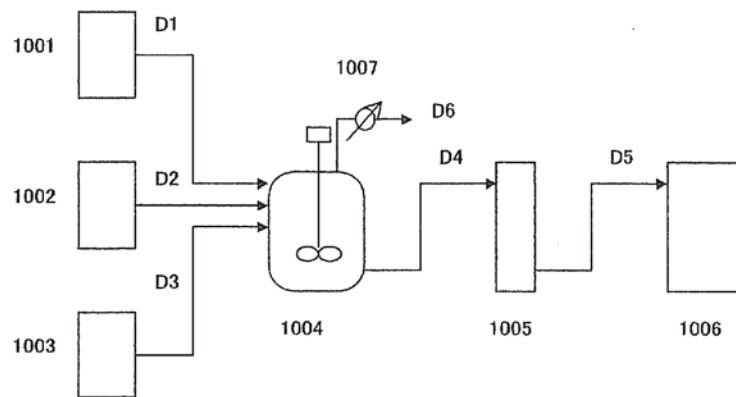


FIG. 11

