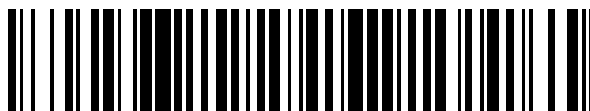


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 721 158**

51 Int. Cl.:

C07C 263/04 (2006.01)

C07C 265/14 (2006.01)

C07C 269/04 (2006.01)

C07C 271/42 (2006.01)

C07C 269/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.09.2009 E 16198438 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.03.2019 EP 3153500**

54 Título: **Método para producir isocianato utilizando éster del ácido carbámico N-sustituido, y composición para transferir y almacenar éster de ácido carbámico N-sustituido que contiene éster de ácido carbámico N-sustituido y compuesto hidroxil aromático**

30 Prioridad:

21.08.2009 JP 2009192250
21.08.2009 JP 2009192268

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.07.2019

73 Titular/es:

ASAHI KASEI KABUSHIKI KAISHA (100.0%)
1-1-2 Yurakucho, Chiyoda-ku
Tokyo 100-0006, JP

72 Inventor/es:

SHINOHATA, MAASAKI y
MIYAKE, NOBUHISA

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 721 158 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

5 Método para producir isocianato utilizando éster del ácido carbámico N-sustituido, y composición para transferir y almacenar éster de ácido carbámico N-sustituido que contiene éster de ácido carbámico N-sustituido y compuesto hidroxí aromático

Campo técnico

10 La presente invención se refiere a un método para producir isocianato que usa ese éster del ácido carbámico N-sustituido y una composición para transferir y almacenar éster de ácido carbámico N-sustituido que comprende un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxí aromático.

Técnica anterior

15 Los isocianatos se utilizan ampliamente como materiales de partida de producción de producto tales como espuma de poliuretano, pinturas y adhesivos. El método de producción industrial principal de isocianatos comprende hacer reaccionar una 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.

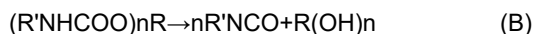
20 En primer lugar, este método requiere el uso de una gran cantidad de fosgeno como material de partida. El fosgeno es extremadamente tóxico y requiere precauciones de manipulación especiales para prevenir la exposición de los manipuladores al mismo, y también requiere aparatos especiales para descontaminar los residuos.

25 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 descontaminar el cloruro de hidrógeno, en muchos casos el cloro hidrolítico está contenido en los isocianatos producidos, lo que puede tener un efecto nocivo sobre la resistencia a la intemperie y la resistencia al calor de productos de poliuretano en el caso de uso de isocianatos producidos usando el método de fosgeno.

30 Sobre la base de estos antecedentes, se busca un método para producir compuestos de isocianato que no utilice fosgeno.

35 Aunque los ejemplos de tales métodos incluyen un método para sintetizar isocianato alifático a partir de un compuesto de nitrógeno alifático y monóxido de carbono, y un método para convertir un compuesto de amida alifática en isocianato mediante descomposición de Hoffmann, ambos métodos tienen un rendimiento pobre y son inadecuados para su aplicación industrial.

40 Se conocen desde hace mucho métodos para obtener un isocianato y un compuesto de por descomposición térmica de éster de ácido carbámico N-sustituido, un ejemplo de los cuales puede incluir el método de A.W. Hoffmann (véase Documento no de Patente 1). Este método hace posible conseguir un alto rendimiento más fácilmente que los métodos descritos anteriormente, y las reacciones básicas empleadas en este método se indican más adelante:



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

55 De esta manera, la descomposición térmica de éster de ácido carbámico N-sustituido está asociada con condiciones de reacción extremas, tal como cuando se realiza a altas temperaturas, así como la aparición concomitante de diversas reacciones secundarias irreversibles.

60 Como se indica en la publicación de Schiff (véase Documento no de Patente 2) y la investigación de E. Dyer y G. C. Wright (véase Documento no de Patente 3), los ejemplos de tales reacciones secundarias pueden ser aquellas resultantes en la formación de ureas sustituidas, biuret, uretodionas, carbodiimidas e isocianuratos.

65 Estas reacciones secundarias no solo provocan disminuciones en la selectividad y rendimiento del isocianato diana, sino que también inducen la formación de polímeros durante la producción de poliisocianato en particular, y dependiendo del caso, pueden provocar una situación que hace difícil el funcionamiento a largo plazo, tal como causar que el reactor se obstruya por la precipitación de sólidos poliméricos.

La mayoría de las reacciones secundarias indeseables suceden a temperaturas más altas, tienen un largo tiempo de reacción y el isocianato formado tiende a aumentar a medida que aumenta la duración de contacto con cada componente de la mezcla de reacción.

5 Se han propuesto diversos métodos hasta ahora relacionado con la obtención de un rendimiento de isocianato favorable mediante la inhibición de la formación de productos de reacciones secundarias indeseables durante la descomposición térmica de ésteres del ácido carbámico N-sustituídos.

10 En primer lugar, con respecto a los métodos para producir un intermedio en forma de éster del ácido carbámico N-sustituído, se han desvelado muchos métodos para producir éster de ácido carbámico N-sustituído que no usen fosgeno. Por ejemplo, el Documento de Patente 1 describe un método para la uretanicación oxidativa a partir de una amina primaria, monóxido de carbono y un alcohol alifático o compuesto hidroxilo aromático usando un catalizador de metal precioso. Sin embargo, puesto que este método utiliza monóxido de carbono altamente tóxico y un catalizador de metal precioso caro, tiene problemas, tales como que requiere un complicado procedimiento y un coste excesivo para recuperar el catalizador desde el producto en forma de éster de ácido carbámico N-sustituído.

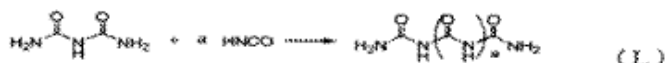
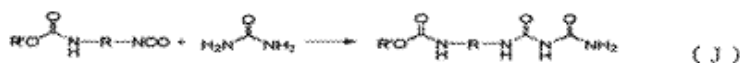
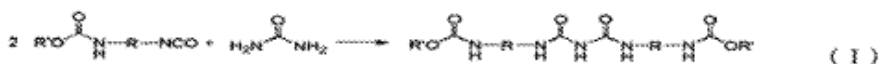
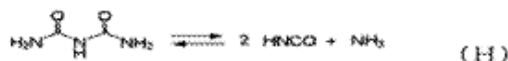
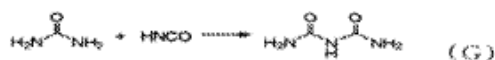
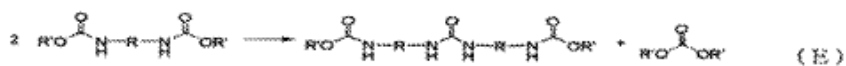
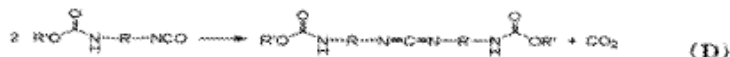
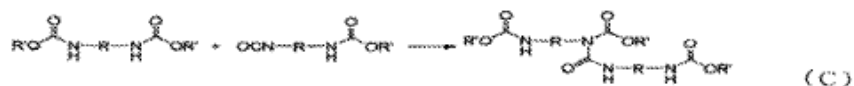
15 Además, El Documento de Patente 2 describe un método para producir O-aril éster del ácido carbámico N-sustituído haciendo reaccionar una N-alquil-N,N'-dialquil urea, un compuesto hidroxilo aromático y gas de cloruro de hidrógeno. Sin embargo, este método utiliza gas de cloruro de hidrógeno corrosivo, consume un compuesto de urea caro y poco común y tiene el problema de requerir un procedimiento complicado y excesivamente caro para recuperar el O-aril éster del ácido carbámico N-sustituído a partir de un clorhidrato de N,N'-dialquilamina formado como un subproducto.

20 Los métodos que utilizan urea o un derivado de ácido carbónico (tal como éster de ácido carbónico o éster de ácido carbámico) se han propuesto como métodos para producir éster de ácido carbámico N-sustituído que son alternativas a los métodos que utilizan catalizadores o materiales de partida caros y similares de la manera de los métodos descritos anteriormente.

25 El Documento de Patente 3 describe un método para producir éster de ácido carbámico N-sustituído alifático que no usa fosgeno en el que una urea 1,3-di-sustituída se produce a partir de una amina primaria y urea en una primera etapa, y un éster de ácido carbámico N-sustituído se produce haciendo reaccionar la urea 1,3-di-sustituída con un compuesto de hidroxilo, seguido de separación y recuperación de la amina primaria producida como un subproducto y devolviéndola a la primera etapa en una segunda etapa. Sin embargo, no solo es bajo el rendimiento del éster de ácido carbámico N-sustituído formado, sino que se requiere equipo de reciclaje para la amina primaria, haciendo de este modo el proceso extremadamente complicado y haciendo este método insatisfactorio para aplicación industrial.

30 Un ejemplo de un método para producir O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituído usando urea o un derivado de ácido carbónico se desvela en el Documento de Patente 4, en el que una diamina, un alcohol y una urea se hacen reaccionar para convertirse en un O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituído. El Documento de Patente 5 desvela un método para producir un O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituído después de producir en primer lugar una bis-urea a partir de una poliamina primaria alifática, urea y alcohol, mientras que el Documento de Patente 6 desvela un método para producir un O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituído haciendo reaccionar parcialmente urea y alcohol en una primera etapa y después suministrando una diamina en una segunda etapa posterior.

35 Sin embargo, puesto que los O-alquil ésteres del ácido carbámico N-sustituído producidos por estos métodos son extremadamente estables térmicamente, una reacción de descomposición térmica que produce isocianatos a partir de estos O-alquil ésteres del ácido carbámico N-sustituído requiere una alta temperatura que provoca la formación de polímeros debido a reacciones secundarias indeseables (por ejemplo aquellas representadas por las fórmulas (C) a (E) indicadas más adelante). Además, aunque la urea se añade generalmente en exceso para obtener O-alquil uretano N-(alifático)-sustituído a un alto rendimiento, puesto que la urea en exceso residual en sí mismo experimenta una reacción de descomposición térmica a temperaturas de 130 °C o superiores, se generan ácido isocianico y gas de amoníaco (véase, por ejemplo la fórmula (F) indicada más adelante), o el ácido isocianico forma biuretes que experimentan adicionalmente descomposición térmica a temperaturas de 200 °C o superiores (véase, por ejemplo, fórmulas (G) y (H) indicadas más adelante), contribuyendo de este modo a la formación de polímeros y similares (véase, por ejemplo, fórmulas (I) a (L) indicadas más adelante). Puesto que estos polímeros y similares tienen una solubilidad extremadamente baja en disolventes y similares, habitualmente se adhieren o solidifican en el recipiente de reacción, haciendo de este modo a estos métodos industrialmente insatisfactorios. Además, puesto que no hay ninguna descripción con respecto a la recuperación de la urea o derivado de ácido carbónico usados en exceso, fueron incapaces de evitarse aumentos en la cantidad de urea o derivado de ácido carbónico usada.



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

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

Con respecto a este punto, se conocen O-aril ésteres de ácido carbámico N-sustituido por descomponerse fácilmente en sus isocianatos correspondientes y compuestos hidroxí aromáticos (véase, por ejemplo, Documento no de Patente 4), y se han desvelado varios métodos para producir O-aril ésteres de ácido carbámico N-sustituido.

El Documento de Patente 7 desvela un método para producir un O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido alifático mediante una reacción en una etapa de urea, un compuesto hidroxí aromático y una amina primaria alifática. El Documento de Patente 8 desvela un método para producir un O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar urea y un compuesto hidroxí aromático en una primera etapa, seguido de reacción con una amina primaria en una segunda etapa.

También en estos métodos, es necesario usar una cantidad en exceso de urea o derivado de ácido carbónico con respecto al grupo amino de la amina alifática para mejorar el rendimiento en base a la amina alifática comparativamente cara. Sin embargo, puesto que estos documentos de patente tampoco describen la recuperación de la urea o derivado de ácido carbónico usados en exceso, fueron incapaces de evitarse aumentos en las cantidades de urea o derivado de ácido carbónico usadas.

El Documento de Patente 9 desvela un método para producir un O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido alifático a partir de una poliamina primaria alifática, un compuesto hidroxí aromático y urea y/o compuesto O-arilo-ácido carbámico no N-sustituido, en el que el compuesto O-arilo-ácido carbámico no N-sustituido se recupera desde la solución de reacción de uretanación resultante y se recicla como un material de partida de la reacción de uretanación. De acuerdo con este método, se hace un intento para inhibir aumentos en las unidades básicas de la urea o compuesto O-arilo-ácido carbámico no N-sustituido. Este método comprende obtener un compuesto hidroxí aromático y ácido isocianico mediante descomposición térmica de un compuesto O-arilo-ácido carbámico no N-sustituido contenido en una solución de reacción de uretanación, reabsorber el ácido isocianico formado por la descomposición en el compuesto hidroxí aromático, y después hacer reaccionar con el compuesto hidroxí aromático para recuperar el compuesto O-arilo-ácido carbámico no N-sustituido. Sin embargo, además de que el procedimiento es complicado, la tasa de recuperación del compuesto O-arilo-ácido carbámico no N-sustituido fue incapaz de hacerse adecuadamente satisfactoria.

En el caso de todos los métodos descritos anteriormente, es difícil obtener cuantitativamente O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido usando urea y un éster del ácido carbámico no N-sustituido como materiales de partida, y no solo se forman diversas estructuras de polímeros (y en muchos casos que contienen polímeros para los que son incapaces de identificarse las estructuras de los mismos), estos polímeros se adhieren al recipiente de reacción o, como resultado de la formación de estos compuestos, existía el problema de aumentos en las cantidades de urea y compuestos de amina utilizados. Además, cuando se producen isocianatos aplicando O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido a una reacción de descomposición térmica, estos polímeros forman adicionalmente otros polímeros haciendo reaccionar con isocianatos formados por descomposición térmica, lo que también puede provocar problemas debido a la adherencia a, o la solidificación, en el recipiente de reacción.

Por lo tanto, se han desvelado métodos para permitir la presencia de un disolvente durante la descomposición térmica de O-aril ésteres de ácido carbámico N-sustituido o O-alquil ésteres del ácido carbámico N-sustituidos, por ejemplo, para evitar el problema de la adhesión y solidificación de polímeros al recipiente de reacción.

Por ejemplo, de acuerdo con la descripción del Documento de Patente 10, la descomposición térmica de un policarbamato alifático, alicíclico o aromático se realiza de 150 a 350 °C y de 0,001 a 20 bar en presencia de un disolvente inerte y en presencia o ausencia de un catalizador, agente auxiliar en forma de cloruro de hidrógeno, cloruro de ácido orgánico, agente de alquilación o cloruro de estaño orgánico. Los subproductos formados pueden retirarse de manera continua del recipiente de reacción junto con la solución de reacción, por ejemplo, y se añade simultáneamente una cantidad correspondiente de disolvente fresco o disolvente recuperado. Sin embargo, una desventaja de este método es que, por ejemplo, sucede una disminución en la eficacia de producción de poliisocianato debido al uso de un disolvente de reflujo, y lo que es más, se requiere una gran cantidad de energía, incluyendo aquella para recuperar el disolvente, por ejemplo. Por otra parte, el agente auxiliar utilizado es volátil en las condiciones de reacción, contaminando por tanto potencialmente el producto de descomposición. Además, la cantidad de residuo en grande en base a la cantidad de poliisocianato formado, lo que hace que la eficacia económica y la fiabilidad como un método industrial sean sospechosas.

El Documento de Patente 11 describe un método para una descomposición térmica continua de un carbamato, tal como un diuretano alicíclico en forma de 5-(etoxicarbonilamino)-1-(etoxicarbonilaminometil)-1,3,3-trimetilciclohexano, suministrado a lo largo de la superficie interna de un recipiente de reacción tubular en una forma líquida en presencia de un disolvente con alto punto de ebullición. Este método tiene las desventajas de un bajo rendimiento y una baja selectividad durante la producción de un diisocianato alifático (cíclico). Además, no existe descripción de un método continuo que acompañe la recuperación de carbamato recombinado o parcialmente descompuesto, y tampoco se menciona el postratamiento de disolvente que contiene subproductos y catalizador.

Por otro lado, la descripción del Documento de Patente 12, por ejemplo, se refiere a un método de circulación para producir diisocianato alifático (cíclico) convirtiendo una diamina correspondiente en un O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido, seguido de descomposición térmica de este O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido como un ejemplo de un método para realizar la descomposición térmica de un éster de ácido carbámico N-sustituido sin utilizar disolvente. Este método minimiza la disminución de rendimiento recirculando el producto desde una etapa de descomposición de éster de ácido carbámico N-sustituido a una etapa de formación de O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido siguiendo reacción con alcohol. Los subproductos que no son capaces de recircularse se retiran mediante separación destilativa de una mezcla de reacción de la etapa de formación de O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido. En este caso, se forma un residuo inútil en forma de producto en la parte inferior mientras que todos los componentes con un punto de ebullición comparativamente bajo, incluyendo O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido, se retiran de la parte superior de la columna. Sin embargo, este método tiene la desventaja de utilizar una gran cantidad de energía. Esto se debe a que todo el O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido se requiere para evaporarse en presencia de un catalizador, y este O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido también debe evaporarse a un nivel de temperatura dentro de un intervalo de la temperatura de descomposición del O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido. Los grupos isocianato formados en productos útiles reaccionan con grupos de éster del ácido carbámico residuales, que dan como resultado frecuentemente la formación de subproductos de comparativamente alto peso molecular que provocan una reducción del rendimiento,

de este modo continúan fallando en resolver el problema de la adhesión y solidificación de polímeros al recipiente de reacción.

Además, de acuerdo con la descripción del Documento de Patente 13, se desvela un método mediante el cual se retiran parcialmente subproductos inútiles antes de realizar la descomposición térmica de éster de ácido carbámico N-sustituido. La desventaja de este método es que el rendimiento de isocianato disminuye como resultado del éster de ácido carbámico N-sustituido que está contenido en los subproductos parcialmente retirados. Además, puesto que los compuestos poliméricos forman y se adhieren al recipiente de reacción como resultado de calentamiento de subproductos que permanecen en el recipiente de reacción sin que se descarguen del recipiente de reacción, el problema de la adhesión y solidificación de polímeros al recipiente de reacción permanece sin resolver, y a largo plazo, el funcionamiento continuo es difícil.

Como se ha descrito anteriormente, para resolver los problemas se han desarrollado como se ha descrito anteriormente un método para descomponer térmicamente un O-aril éster del ácido carbámico no N-sustituido contenido en la solución de reacción de una etapa de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido para obtener un compuesto hidroxil aromático y ácido isocianico, reabsorbiendo el ácido isocianico formado por la descomposición en el compuesto hidroxil aromático, y recuperando un compuesto O-arilo-ácido carbámico no N-sustituido haciendo reaccionar con el compuesto hidroxil aromático (véase Documento de Patente 9) y un método para purificar por cristalización (véase Documento de Patente 14). Sin embargo, en el caso del método anterior, es difícil reducir adecuadamente la cantidad de compuesto O-arilo-ácido carbámico no N-sustituido en la solución de reacción de la etapa de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido. Además, en el último método que emplea también cristalización, es difícil cristalizar selectivamente compuestos que tienen una estructura similar a un alto rendimiento, mientras que también da como resultado el problema de consumir energía para separar una solución del sólido y recuperar el disolvente de cristalización. Además, se ha desvelado un método para retirar urea y derivados de ácido carbónico desde una solución de reacción de una etapa de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido más fácilmente en el que un compuesto de amina, urea y alcohol se hacen reaccionar, la solución resultante de O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido se introduce en una columna de destilación y se recuperan urea y éster de ácido carbónico desde la columna de destilación (véase Documento de Patente 15). Sin embargo, debido al bajo punto de ebullición del alcohol utilizado, existen limitaciones sobre la temperatura de ajuste y presión de ajuste de la columna de destilación, reduciendo de este modo la cantidad de urea en la solución de O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido, mientras que el efecto de inhibir la formación de subproductos no es necesariamente claro.

Por ejemplo, en el Documento de Patente 16 se describe que cuando un O-alquil uretano obtenido haciendo reaccionar éster del ácido carbónico y amina orgánica se somete a descomposición térmica en presencia de un compuesto hidroxil aromático, también está presente una cantidad mínima de derivados de ácido carbónico. Aquí, el efecto de los derivados de ácido carbónico es mejorar la estabilidad térmica del compuesto hidroxil aromático, y no está destinado a tener un efecto sobre un O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido o un isocianato formado durante la descomposición térmica. Por otra parte, no existe ninguna descripción con respecto a un efecto sobre O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido. Además, aunque el Documento de Patente 15 describe una composición para transferir y almacenar O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido que mantiene la estabilidad del mismo inhibiendo una reacción de desnaturalización térmica de O-alquil éster del ácido carbámico N-sustituido, así como un proceso de producción de isocianato que utiliza esa composición, no existe ninguna mención de urea residual de compuestos derivados de urea como se ha descrito anteriormente en esa composición, y no existe ninguna mención hecha a O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido. El Documento de Patente 17 se refiere a la producción de un O-auriluretano alifático, que comprende las etapas de hacer reaccionar un O-aril éster del ácido carbámico, o una mezcla del O-aril éster del ácido carbámico y urea, con una amina primaria alifática en presencia de un compuesto hidroxil aromático a la vez que se elimina amoniaco como subproducto. No se describe en ningún lugar del D1 una composición que comprenda un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y una composición de hidroxil aromático, en la que la proporción del número (B) de moléculas del compuesto hidroxil aromático que compone la composición de hidroxil aromático respecto al número (A) de grupos éster que componen el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido está dentro del intervalo de 1 a 100.

Documento de patente 1: Patente de Estados Unidos N.º 4297501

Documento de patente 2: Patente de Estados Unidos N.º 3873553

Documento de patente 3: Patente de Estados Unidos N.º 2677698

Documento de patente 4: Patente de Estados Unidos N.º 4713476

Documento de patente 5: Solicitud de Patente Europea N.º 0568782

Documento de patente 6: Solicitud de Patente Europea N.º 0657420

Documento de patente 7: Patente de Estados Unidos N.º 4925971

Documento de patente 8: Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública N.º H4-164060

Documento de patente 9: Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública N.º H7-157463

Documento de patente 10: Patente de Estados Unidos N.º 4388246

Documento de patente 11: Patente de Estados Unidos N.º 4692550

Documento de patente 12: Solicitud de Patente Europea N.º 0355443

Documento de patente 13: Patente japonesa N.º 3382289

Documento de patente 14: Patente japonesa N.º 2804232

Documento de patente 15: Documento WO 2008/120645

Documento de patente 16: Documento WO 2008/084824

Documento de patente 17: Documento JP H03 20254

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

5 Documento no de patente 2: Berchte der Deutechen Chemischen Gesellschaft, Vol. 3, p. 649, 1870

Documento no de patente 3: Journal of American Chemical Society, Vol. 81, p. 2138, 1959

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

Documento no de patente 5: Journal of Synthetic Organic Chemistry, Japón, Vol. 20, n.º 11, p. 1003, 1962

10 Divulgación de la invención

Problemas a solucionar por medio de la invención

15 De esta manera, los problemas que implican la formación de polímeros por urea residual y compuestos derivados de urea y la adhesión de estos polímeros al recipiente de reacción deben resolverse ya en la producción de isocianatos mediante descomposición térmica de ésteres de ácido carbámico N-sustituídos, y particularmente compuestos de O-aril ácido carbámico N-sustituído.

20 Además, también se ha determinado que urea y derivados de ácido carbónico, que se usan en exceso durante la producción de éster del ácido carbámico N-sustituído, provocan también otros problemas.

25 En los métodos de producción de O-alkil ésteres del ácido carbámico N-sustituído o O-aril ésteres de ácido carbámico N-sustituído que usan urea y derivados de ácido carbónico, el amoniaco formado como subproducto debe extraerse fuera del sistema para aumentar el rendimiento del éster de ácido carbámico N-sustituído (véase, por ejemplo, Documento de patente 7). En muchos casos, el subproducto de amoniaco se retira del sistema proporcionando una línea para descargar amoniaco en el recipiente de reacción para producir el éster de ácido carbámico N-sustituído. La urea y derivados de ácido carbónico en sí mismos experimentan una reacción de descomposición térmica como se ha descrito previamente y se implica en la formación de polímeros debido a la formación de ácido isocianico y el ácido isocianico que forma biuretes. Aunque la mayoría de estos compuestos derivados de urea y derivados de ácido carbónico se condensan y vuelven al sistema de reacción junto con el alcohol y compuesto hidroxil aromático, una porción de los mismos puede descargarse como componentes de gas junto con el subproducto de amoniaco. Cuando la operación se realiza durante un periodo de tiempo prolongado, estos compuestos se adhieren y acumulan en las paredes internas de la línea de descarga de amoniaco, y se ha determinado que provocan la obstrucción de la línea de descarga de amoniaco.

35 Sin embargo, no existen ejemplos en la técnica anterior como se ha descrito anteriormente de un examen de medios para resolver el problema de obstrucción de la línea de descarga de amoniaco, y aún debe establecerse la tecnología que posibilite la operación a largo plazo del equipo de producción de éster de ácido carbámico N-sustituído.

40 De esta manera, todavía existen numerosos problemas que implican la producción de éster de ácido carbámico N-sustituído para su uso como un precursor de isocianato y la producción de isocianatos, y puesto que aún tiene que establecerse un método que sirva como una alternativa al método de fosgeno, existe un fuerte deseo de que se resuelvan estos problemas.

45 Como se ha descrito anteriormente, se han propuesto diversos métodos para la producción de O-alkil ésteres del ácido carbámico N-sustituído o O-aril ésteres de ácido carbámico N-sustituído que usan urea o derivados de ácido carbónico. Existen muchos casos en los que la urea o derivados de ácido carbónico añadidos en exceso para obtener ésteres del ácido carbámico N-sustituídos a alto rendimiento en esos métodos provocan la formación de polímeros y similares como se ha descrito anteriormente, que a su vez se adhieren a, y se solidifican, sobre el recipiente de reacción.

50 Además, también existen muchos casos en los que los polímeros formados por reacciones secundarias y la urea o derivados de ácido carbónico en exceso formaron adicionalmente diferentes tipos de polímeros debido a la aparición de reacciones secundarias con isocianato como se ha descrito previamente durante la producción de isocianato mediante una reacción de descomposición térmica de O-alkil éster del ácido carbámico N-sustituído u O-aril éster del ácido carbámico N-sustituído, dando como resultado el problema de que estos polímeros también se adhieren a, o se solidifican en el recipiente de reacción. Además, también existe el problema de aumentos en las cantidades de urea, derivados de ácido carbónico y aminos usadas debido a la formación de estos polímeros. Sin embargo, no existen descripciones de métodos para recuperar y reutilizar eficazmente el exceso de urea y derivados de ácido carbónico, y han sido incapaces de evitarse aumentos en la cantidad de urea o derivados de ácido carbónico utilizados.

65 Aunque se forma amoniaco como un subproducto en el caso de producir O-alkil éster del ácido carbámico N-sustituído u O-aril éster del ácido carbámico N-sustituído usando urea y derivados de ácido carbónico, también existen problemas con la descarga de este amoniaco. Para aumentar el rendimiento de O-alkil éster del ácido carbámico N-sustituído u O-aril éster del ácido carbámico N-sustituído, aunque el subproducto de amoniaco se descarga habitualmente proporcionando una línea para descargar amoniaco en el recipiente de reacción para producir el éster

del ácido carbámico N-sustituido, existen muchos casos en los que los sólidos se adhieren a, y se solidifican sobre las paredes internas de la línea de descarga de amoníaco, perjudicando de este modo el funcionamiento a largo plazo.

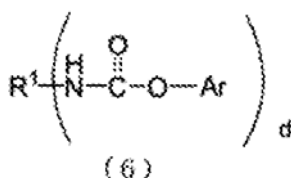
Un objeto de la presente invención es proporcionar un método para producir éster del ácido carbámico N-sustituido, un método para producir isocianato mediante descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido y una composición para transferir y almacenar éster de ácido carbámico N-sustituido que comprende un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilo aromático que sea adecuado para transferir y almacenar el éster del ácido carbámico N-sustituido y particularmente O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido, así como que sea adecuado para la producción de isocianato.

Medios para solucionar los problemas

Por lo tanto, como resultado de la realización de estudios extensivos de los problemas mencionados anteriormente, los inventores de la presente invención descubrieron que los problemas se resuelven mediante un método para producir éster de ácido carbámico N-sustituido a partir de una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxilo, en el que la reacción entre la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxilo se realiza usando un recipiente de reacción equipado con un condensador, el número de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoníaco recuperado en forma de gas desde el condensador se hace que sea una cantidad específica o inferior, y el derivado de ácido carbónico recuperado se reutiliza en la producción de éster del ácido carbámico N-sustituido; un método para producir u isocianato mediante una reacción de descomposición térmica del éster de ácido carbámico N-sustituido producido por el método descrito anteriormente; y una composición específica que contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido y una composición de hidroxilo aromático, conduciendo de este modo a la consumación de la presente invención.

Concretamente, en un primer aspecto de la misma, la presente invención proporciona:

1. Una composición para transferir y almacenar un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que comprende el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (6), y una composición de hidroxilo aromático que contiene uno o más tipos de compuestos hidroxilo aromáticos, en la que la proporción del número (B) de moléculas del compuesto hidroxilo aromático que compone la composición de hidroxilo aromático respecto al número (A) de grupos éster que componen el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido está dentro del intervalo de 1 a 100:



en la que

Ar representa un residuo en el que un único grupo hidroxilo unido a un anillo aromático de un compuesto hidroxilo aromático ha sido eliminado del compuesto hidroxilo aromático, y el compuesto hidroxilo aromático puede ser el mismo o diferente del compuesto hidroxilo aromático que compone la composición de hidroxilo aromático, y el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (6) es:

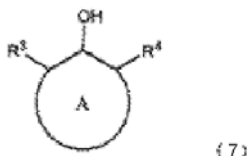
- (1) un éster de ácido monocarbámico orgánico N-aromático en el que R¹ representa un grupo orgánico que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico, y en el que d es 1;
- (2) un éster de ácido policarbámico orgánico N-aromático en el que R¹ representa un grupo orgánico que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico, y en el que d es un número entero de 2 a 10;
- (3) un éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que R¹ representa un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono, y en el que d es 2 o 3.

2. La composición para transferir y almacenar de acuerdo con 1, en la que el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (6) es un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido producido a partir de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y la composición de hidroxilo aromático, y la composición para transferir y almacenar es una composición que contiene al menos un tipo de compuesto que es urea y/o éster del ácido carbámico y/o biurete y/o un compuesto que tiene un grupo biurete terminal, (-NH-(C=O)-NH-(C=O)-NH₂), deriva de una amina orgánica y se forma en una reacción de la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición de hidroxilo aromático.

3. La composición para transferir y almacenar de acuerdo con 1, en la que la composición para transferir y almacenar contiene un éster del ácido carbámico derivado de la composición de hidroxilo aromático.

4. La composición de acuerdo con 1, en la que el compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático es un compuesto hidroxí aromático de monovalente a trivalente, en el que el número de grupos hidroxí unidos al anillo aromático es un número entero de 1 a 3.

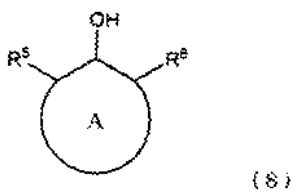
5. La composición de acuerdo con 4, en la que el compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático es un compuesto hidroxí aromático representado por la siguiente fórmula (7):



10 en la que

15 el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R³ y R⁴ respectivamente e independientemente representan un átomo de hidrógeno o un grupo orgánico, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxí aromático es un número entero de 6 a 50, y R³ y R⁴ pueden formar una estructura de anillo mediante enlace con A.

20 6. La composición de acuerdo con 5, en la que al menos uno de los compuestos hidroxí aromáticos que componen la composición de hidroxí aromático es un compuesto hidroxí aromático representado por la siguiente fórmula (8):

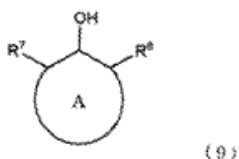


en la que

25 el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R⁵ y R⁶ respectivamente e independientemente representan cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxí aromático es un número entero de 6 a 50, y R⁵ y R⁶ pueden formar una estructura de anillo mediante enlace con A:

- 30 (i) un átomo de hidrógeno,
 (ii) un átomo de halógeno,
 (iii) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, excluyendo el hidrógeno enlazado al átomo de nitrógeno en la posición α, siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno secundario, en concreto, un átomo de nitrógeno que forma un enlace de -NH-,
 (iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario o secundario, en concreto, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace de -CH₂-, con la condición de que en el caso de que R⁵ y/o R⁶ formen una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo aromático A y el anillo condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y en el caso de que el carbono en la posición α forme un doble enlace o un triple enlace con un átomo de la posición β, en concreto el átomo que forma el R⁵ y R⁶ y que también es adyacente a un átomo enlazado al anillo aromático del anillo A también, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y
 (v) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno, y un número de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo.

50 7. La composición de acuerdo con 6, en la que la composición de hidroxí aromático contiene un compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula anterior (8) junto con un compuesto hidroxí aromático representado por la siguiente fórmula (9):



en la que

5 el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R⁷ y R⁸ respectivamente e independientemente representan cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxí aromático es un número entero de 6 a 50, y

10 R⁷ y R⁸ pueden formar una estructura de anillo mediante enlace con A:

- (i) un átomo de hidrógeno,
- (ii) un átomo de halógeno,
- (iii) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno terciario, en concreto, un átomo de nitrógeno que no tiene ningún átomo de hidrógeno,
- (iv) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición α un átomo de carbono terciario o cuaternario, en concreto, un átomo de carbono que forma un enlace de -CH- o un átomo de carbono no enlazado a hidrógeno; en el caso en que R⁷ y/o R⁸ forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A, y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono primario o secundario, en concreto, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace de -CH₂-; en el caso de que el carbono en la posición α forme un doble enlace con un átomo en la posición β, el carbono en la posición α es carbono cuaternario; y se excluyen grupos en los que el carbono en la posición α forma un triple enlace con un átomo en la posición β, y
- (v) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y el número de carbonos es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo.

8. La composición de acuerdo con uno cualquiera de 5-7, en la que un punto de ebullición convencional del compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula (7), la fórmula (8) o la fórmula (9) difiere en 10 °C o más del punto de ebullición convencional de un isocianato en el que todos los grupos amino de la amina orgánica están sustituidos con grupos isocianato.

35 En un segundo aspecto de la misma, la presente invención también proporciona:

9. Un método de producción de isocianato, que comprende: recuperar un isocianato y un compuesto hidroxí aromático que se forman transfiriendo la composición para transferir y almacenar un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de acuerdo con uno cualquiera de 1-3 a un recipiente de reacción de descomposición térmica, y sometiendo el éster del ácido carbámico N-sustituido a una reacción de descomposición térmica.

40 10. El método de producción de acuerdo con 9, en el que un líquido residual que contiene O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido sin reaccionar recuperado de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica se transfiere de nuevo al recipiente de reacción de descomposición térmica, y el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se somete a una reacción de descomposición térmica.

45 11. El método de producción de acuerdo con 9, en el que el isocianato producido en el método de producción de acuerdo con 9 contiene de 1 a 1000 ppm del compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático basada en el isocianato.

50 Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con la presente invención, el éster del ácido carbámico N-sustituido puede producirse ventajosamente en términos de unidades básicas de urea. Además, el éster de ácido carbámico N-sustituido puede usarse preferiblemente como un material de partida de producción de isocianato.

55 Además, de acuerdo con la presente invención, la producción de éster de ácido carbámico N-sustituido puede realizarse a lo largo de un gran periodo de tiempo siendo capaz de evitar la adhesión y acumulación de subproductos poliméricos en el recipiente de reacción durante la producción de éster del ácido carbámico N-sustituido, así como la obstrucción de una línea para descarga de amoníaco formado como un subproducto durante la producción de éster de ácido carbámico N-sustituido.

60

Descripción de los dibujos

- 5 La FIG. 1 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de un método de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido de acuerdo con la etapa (A);
 La FIG. 2 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de un método de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido que comprende la etapa (a) y la etapa (b);
 La FIG. 3 muestra un dibujo conceptual que representa la manipulación de componentes gaseosos en relación a un método de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente realización;
- 10 La FIG. 4 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de reutilización de componentes condensados;
 La FIG. 5 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente invención en forma de un método de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición de hidroxí aromático que contiene un compuesto hidroxí aromático activo y un compuesto hidroxí aromático inactivo;
- 15 La FIG. 6 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (a);
 La FIG. 7 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (c);
 La FIG. 8 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (b) para producir éster de ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar un compuesto que tiene grupos ureido obtenido en la etapa (a) y una composición de hidroxí;
- 20 La FIG. 9 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de un método de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición de hidroxí aromático que contiene un compuesto hidroxí aromático activo y un compuesto hidroxí aromático inactivo;
- 25 La FIG. 10 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (Y) y la reutilización de un alcohol formado en la etapa (Y);
 La FIG. 11 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de una etapa de síntesis de urea y reutilización de urea producida en la etapa de síntesis de urea;
 La FIG. 12 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (F) y reutilización de un compuesto hidroxí aromático formado en la etapa (F);
- 30 La FIG. 13 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferible (I) de la presente realización;
 La FIG. 14 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferible (II) de la presente realización;
 La FIG. 15 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferible (III) de la presente realización;
 La FIG. 16 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferible (IV) de la presente realización;
- 35 La FIG. 17 muestra un dibujo conceptual de un aspecto de la presente realización en forma de la etapa (X);
 La FIG. 18 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de un método para producir isocianato polifuncional a partir de mono (-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido que combina la etapa (X), la etapa (Y) y la etapa (F);
 La FIG. 19 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de otro método para producir isocianato polifuncional a partir de mono (-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido que combina la etapa (X), la etapa (Y) y la etapa (F);
- 40 La FIG. 20 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferible de un método para producir isocianato polifuncional a partir de mono (-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización;
 La FIG. 21 muestra un dibujo conceptual que representa un aparato de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;
- 45 La FIG. 22 muestra un dibujo conceptual que representa un aparato de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;
 La FIG. 23 muestra un dibujo conceptual que representa un aparato de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;
- 50 La FIG. 24 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;
 La FIG. 25 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;
- 55 La FIG. 26 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;
 La FIG. 27 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de isocianato utilizado en un ejemplo de la presente realización;
- 60 La FIG. 28 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de isocianato utilizado en un ejemplo de la presente realización;
 La FIG. 29 muestra un dibujo conceptual de un aparato de producción de isocianato utilizado en un ejemplo de la presente realización;
- 65 La FIG. 30 muestra un dibujo conceptual de un aparato de reacción de condensación para un monoéster del ácido carbámico N-sustituido utilizado en un ejemplo de la presente realización;
 La FIG. 31 muestra un dibujo conceptual de un aparato de reacción de transesterificación utilizado en un ejemplo de la presente realización;

La FIG. 32 muestra el espectro de RMN ¹H de una composición para transferir y almacenar éster de ácido carbámico N-sustituido de un Ejemplo 84 de la presente realización;

La FIG. 33 muestra el espectro de RMN ¹H de una composición para transferir y almacenar éster de ácido carbámico N-sustituido de un Ejemplo 104 de la presente realización; y

5 La FIG. 34 muestra el espectro de RMN ¹H de una composición para transferir y almacenar éster de ácido carbámico N-sustituido de un Ejemplo 120 de la presente realización.

Modo para llevar a cabo la invención

10 Lo siguiente proporciona una explicación detallada del modo para realizar la presente invención (que debe denominarse como "presente realización"). Además, la presente invención no se limita a la presente realización siguiente, sino que puede modificarse de diversas maneras dentro del ámbito de la misma.

15 En primer lugar, se da una explicación de compuestos utilizados en el método de producción de la presente realización, y compuestos que componen la composición para transferir y almacenar la presente realización.

<Amina Orgánica>

20 Preferiblemente, se utiliza una amina primaria orgánica para la amina orgánica en la presente realización. Aquí, una amina primaria orgánica se refiere a una "amina primaria" (mono aminas primarias y poli aminas primarias) como se define en la norma C-8 de la nomenclatura (Nomenclatura de Química Orgánica de la IUPAC) estipulada por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC). Esta amina orgánica se representa por la siguiente fórmula (29). Esta norma se basa en las Recomendaciones sobre Nomenclatura Orgánica y Bioquímica. En lo sucesivo en este documento, en el caso de referirse a las normas de la IUPAC en la presente solicitud, así como a las normas de nomenclatura indicadas posteriormente definidas por la IUPAC (con la excepción de casos que citan especialmente las recomendaciones de la IUPAC de otros años), tales remisiones citan "Yukikagaku • Seikagaku Meimeihou" (Nomenclatura de Química Orgánica y Bioquímica) (2ª revisión publicada en Japón en 1992 por Nankodo Co., Ltd.), que está basada en una edición que contiene todas las normas de química orgánica y bioquímica, junto con las normas de transliteración para el japonés, publicada como un suplemento a "Chemical Fields" en 1980 basado en las Recomendaciones de 1979, así como todas las recomendaciones y revisiones posteriores. El término "orgánico" se refiere generalmente a un grupo de compuestos considerado sujeto para la nomenclatura desvelada en las publicaciones anteriores. Los sujetos pueden ser sujetos descritos en las recomendaciones publicadas en 1993. Sin embargo, los compuestos "orgánicos" cubiertos por la nomenclatura descrita anteriormente incluyen compuestos organometálicos y complejos metálicos. En la presente realización, aunque lo siguiente proporciona explicaciones de "orgánico" y/o "grupos orgánicos" y/o "sustituyentes" y similares, así como compuestos utilizados en la presente realización, cuando no se explica específicamente, estos están compuestos de átomos que no incluyen átomos de metal y/o semimetales. Más preferentemente, en la presente realización se utilizan "compuestos orgánicos", "grupos orgánicos" y "sustituyentes" compuestos de átomos seleccionados entre H (átomos de hidrógeno), C (átomos de carbono), N (átomos de nitrógeno), O (átomos de oxígeno), S (átomos de azufre), Cl (átomo de cloro), Br (átomos de bromo) e I (átomos de yodo).

45 Además, los términos "alifático" y "aromático" se utilizan con frecuencia en las siguientes explicaciones. De acuerdo con las normas de la IUPAC mencionadas anteriormente, se describe que los compuestos orgánicos se clasifican en compuestos alifáticos y compuestos aromáticos. Los compuestos alifáticos se refieren a las definiciones de grupos de acuerdo con compuestos alifáticos basados en las recomendaciones de la IUPAC de 1995. Los compuestos alifáticos se definen en estas recomendaciones como "compuestos de carbono acíclicos o cíclicos, saturados o insaturados, excluyendo compuestos aromáticos". Además, los compuestos alifáticos utilizados en la explicación de la presente realización incluyen compuestos saturados e insaturados, así como lineales y alifáticos cíclicos, y se refieren a "compuestos orgánicos", "grupos orgánicos" y "sustituyentes" compuestos de átomos seleccionados entre los mencionados anteriormente H (átomos de hidrógeno); C (átomos de carbono); N (átomos de nitrógeno); O (átomos de oxígeno); S (átomos de azufre); Si (átomos de silicio); y átomos de halógeno seleccionados entre Cl (átomos de cloro), Br (átomos de bromo) e I (átomos de yodo).

55 Además, en el caso de que un grupo aromático, tal como un grupo aralquilo, esté enlazado a un grupo alifático, tales grupos se indican habitualmente en forma de "grupo alifático sustituido con un grupo aromático" o "grupo compuesto de un grupo alifático enlazado a un grupo aromático". Esto se basa en la reactividad en la presente realización y debido que las propiedades que están relacionadas con reacciones de grupos a la manera de grupos aralquilo están estrechamente relacionadas a la reactividad de grupos alifáticos y grupos no aromáticos. Además, los grupos reactivos no aromáticos que incluyen grupos, tales como grupos aralquilo y grupos alquilo se indican habitualmente como "grupos alifáticos opcionalmente sustituidos con un grupo aromático", "grupo alifático sustituido con un grupo aromático" o "grupo alifático enlazado a un grupo aromático" y similares.

65 Además, aunque las definiciones de acuerdo con las normas de nomenclatura estipuladas por la IUPAC como se ha descrito anteriormente se usan cuando se explican fórmulas generales de compuestos utilizados en la presente memoria descriptiva, habitualmente se utilizan nombre comunes para los nombres de grupos específicos o los nombres de compuestos listados como ejemplos. Además, aunque habitualmente se describen números de átomos,

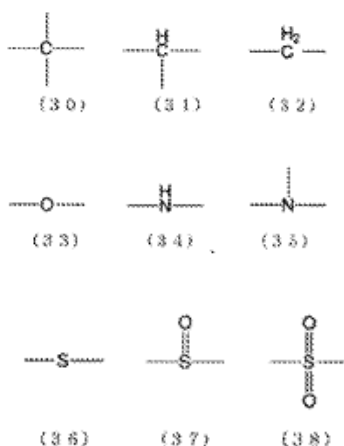
números de sustituyentes y números de compuestos en la presente memoria descriptiva, todos ellos se representan con números enteros.



(en la que

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

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



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

Los ejemplos preferibles de aminas orgánicas compuestas por el grupo R^1 pueden incluir:

- 1) mono aminas primarias orgánicas aromáticas sustituidas, opcionalmente alifáticas y/o aromáticas en las que el grupo R^1 tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R^1 está sustituido con un grupo NH^2 , y a es 1,
- 2) poli aminas primarias aromáticas orgánicas en las que el grupo R^1 tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R^1 está sustituido con un grupo NH^2 , y a es 2 o más, y
- 3) poli aminas primarias alifáticas orgánicas en las que el grupo R^1 es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono opcionalmente sustituido con un grupo aromático, y a es 2 o 3.

En las descripciones anteriores, los átomos enlazados a un grupo NH^2 (y preferiblemente átomos de carbono) que están contenidos en un anillo aromático se indican como aminas orgánicas aromáticas, mientras que los casos de enlace a átomos no en un anillo aromático (principalmente carbono) se indican como aminas orgánicas alifáticas. Los

grupos alifáticos más preferibles son grupos hidrocarburo lineales, grupos hidrocarburo cíclicos y al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y grupos hidrocarburo cíclicos (que hacen referencia a, por ejemplo, grupos hidrocarburo cíclicos sustituidos con un grupo hidrocarburo lineal o grupos hidrocarburo lineales sustituidos con un grupo hidrocarburo cíclico) que tienen de 6 a 70 átomos de carbono.

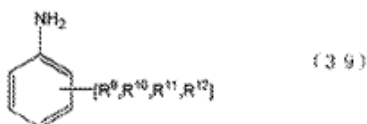
5

Las siguientes listas especifican ejemplos de aminas primarias orgánicas preferibles.

1) Monoaminas Orgánicas Aromáticas

10 Mono aminas primarias orgánicas aromáticas, opcionalmente alifáticas y/o aromáticas sustituidas en las que el grupo R^1 es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R^1 está sustituido con un grupo NH_2 y a es 1, preferiblemente monoaminas orgánicas aromáticas en las que el grupo R^1 es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono y a es 1, y más preferiblemente en consideración de la fluidez y similares, monoaminas orgánicas aromáticas en las que el grupo R^1 tiene de 6 a 13 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo NH_2 " y a es 1, que son monoaminas orgánicas aromáticas representadas por la siguiente fórmula (39).

15



20

Al menos una posición de la posición orto y/o posición para del grupo NH_2 de la mono amina primaria orgánica aromática representada por la fórmula (39) no está sustituida, R^9 a R^{12} representan respectivamente un grupo sustituido en una posición arbitraria que conserva las propiedades aromáticas del anillo, R^9 a R^{12} pueden sustituir respectivamente e independientemente el anillo aromático, R^9 a R^{12} pueden enlazarse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático, y representan átomos de hidrógeno o grupos compuestos de grupos en los que un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo o grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está enlazado mediante enlaces de hidrocarburo saturado y/o enlaces de éter, el número de átomos de carbono de R^9 a R^{12} es un número entero dentro de un intervalo de 0 a 7, y el número total de átomos de carbono que componen una mono amina primaria orgánica aromática representada por la fórmula (39) es de 6 a 13.

25

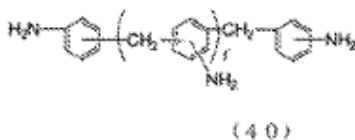
30 Los ejemplos preferibles de mono aminas primarias orgánicas aromáticas representadas por la fórmula (39) pueden incluir aquellas en las que los grupos R^9 a R^{12} son átomos de hidrógeno o grupos seleccionados entre grupos alquilo, tales como un grupo metilo o un grupo etilo, y los ejemplos de tales mono aminas primarias orgánicas aromáticas pueden incluir anilina, aminotolueno (incluyendo isómeros), dimetilnilina (incluyendo isómeros), dietilanilina (incluyendo isómeros), dipropilanilina (incluyendo isómeros), aminonaftaleno (incluyendo isómeros), aminometilnaftaleno (incluyendo isómeros), dimetilnaftilamina (incluyendo isómeros) y trimetilnaftilamina (incluyendo isómeros), usándose más preferiblemente anilina.

35

2) Poli Aminas Primarias Orgánicas Aromáticas

40 Poli aminas primarias orgánicas aromáticas en las que el grupo R^1 es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y que contiene uno o más anillos aromáticos opcionalmente sustituidos con un grupo alifático y/o grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R^1 está sustituido con un grupo NH_2 y a es 2 o más, preferiblemente poliaminas orgánicas aromáticas en las que el grupo R^1 es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono y a es 2 o más, y más preferiblemente en consideración de la fluidez y similares, poliaminas orgánicas aromáticas en las que el grupo R^1 tiene de 6 a 13 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo NH_2 ", el anillo aromático puede estar adicionalmente sustituido con un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, y a es 2 o más. Los ejemplos de tales poliaminas orgánicas aromáticas pueden incluir diaminobenceno (incluyendo isómeros), diaminotolueno (incluyendo isómeros), metilendianilina (incluyendo isómeros), diaminomesitileno (incluyendo isómeros), diaminobifenilo (incluyendo isómeros), diaminodibencilo (incluyendo isómeros), bis(aminofenil) propano (incluyendo isómeros), bis(aminofenil) éter (incluyendo isómeros), bis(aminofenoxietano) (incluyendo isómeros), diaminoxileno (incluyendo isómeros), diaminoanisol (incluyendo isómeros), diaminofenetol (incluyendo isómeros), diaminonaftaleno (incluyendo isómeros), diamino-metilbenceno (incluyendo isómeros), diamino-metilpiridina (incluyendo isómeros), diamino-metilnaftaleno (incluyendo isómeros) y polimetileno polifenilo poliaminas representadas por la siguiente fórmula (40):

55



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

5

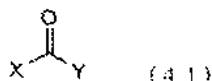
3) Poliaminas Orgánicas Alifáticas

Poliaminas orgánicas alifáticas en las que el grupo R^1 de una amina orgánicas representada por la fórmula (29) es un grupo alifático en el que el número de átomos de carbono es un número entero dentro de un intervalo de 1 a 85 y que puede estar sustituido con un grupo aromático, y n es 2 o 3. Las aminas orgánicas más preferibles son aminas primarias orgánicas alifáticas en las que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Más preferentemente, la amina orgánica es una poliamina orgánica alifática en la que el grupo R^1 es un grupo alifático que es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 1 a 70 átomos de carbono, y a es 2 o 3. En consideración de la fluidez y similares durante una producción industrial de gran volumen, la amina orgánica es lo más preferiblemente una poli amina primaria orgánica alifática en la que el grupo R^1 es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 6 a 13 átomos de carbono y está compuesto de átomos de carbono y átomos de hidrógeno. Concretamente, esto se refiere al caso en el que el grupo R^1 es un grupo alquilo lineal y/o ramificado, un grupo cicloalquilo o un grupo compuesto de los grupos alquilo y grupos cicloalquilo. Los ejemplos de estas aminas orgánicas pueden incluir diaminas primarias alifáticas, tales como etilendiamina, diaminopropano (incluyendo isómeros), diaminobutano (incluyendo isómeros), diaminopentano (incluyendo isómeros), diaminohexano (incluyendo isómeros) o diaminodecano (incluyendo isómeros); triaminas alifáticas, tales como triaminohexano (incluyendo isómeros), triaminononano (incluyendo isómeros) o triaminodecano (incluyendo isómeros); y, poliaminas alifáticas cíclicas sustituidas, tales como diaminociclobutano (incluyendo isómeros), diaminociclohexano (incluyendo isómeros), 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (formas cis y/o trans) o metilenobis(ciclohexilamina) (incluyendo isómeros).

35 <Derivado de Ácido Carbónico>

El derivado de ácido carbónico en la presente realización se refiere a un compuesto representado por la siguiente fórmula (41). Este es un componente que se usa como material de partida para producir éster de ácido carbámico N-sustituido junto con la amina orgánica y la composición de hidroxi aromático. Además, este es un componente que puede estar contenido en la composición para transferir y almacenar éster de ácido carbámico N-sustituido.

40



(en la que

45

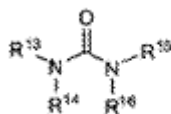
X representa un grupo amino que tiene de 0 a 20 átomos de carbono, y
Y representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo amino que tiene de 0 a 20 átomos de carbono).

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

50

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

55



(42)

(en la que

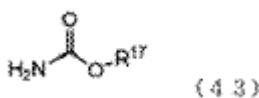
5 R^{13} , R^{14} , R^{15} y R^{16} respectivamente e independientemente representan un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alifático que tiene de 7 a 20 átomos de carbono sustituido con un compuesto aromático, un grupo aromático que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, o un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

10 Los ejemplos de R^{13} , R^{14} , R^{15} y R^{16} pueden incluir un átomo de hidrógeno, 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) o un grupo nonadecilo (incluyendo isómeros); grupos arilo en los que el número de átomos de carbono que componente el grupo es de 6 a 20, tales como un grupo fenilo, un grupo metilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo butilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo octilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo decilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo bifenilo (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dibutilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dihexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo diheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo terfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo tripropilfenilo (incluyendo isómeros) o un grupo tributilfenilo (incluyendo isómeros); y, grupos aralquilo en los que el número de átomos de carbono que componente el grupo es de 7 a 20, tales como un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpropilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilbutilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpentilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilhexilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilheptilo (incluyendo isómeros), un grupo feniloctilo (incluyendo isómeros) o un grupo fenilnonilo (incluyendo isómeros).

35 Los ejemplos específicos pueden incluir urea, metilurea, etilurea, propilurea (incluyendo isómeros), butilurea (incluyendo isómeros), pentilurea (incluyendo isómeros), hexilurea (incluyendo isómeros), heptilurea (incluyendo isómeros), octilurea (incluyendo isómeros), nonilurea (incluyendo isómeros), decilurea (incluyendo isómeros), undecilurea (incluyendo isómeros), dodecilurea (incluyendo isómeros), tridecilurea (incluyendo isómeros), tetradecilurea (incluyendo isómeros), pentadecilurea (incluyendo isómeros), hexadecilurea (incluyendo isómeros), heptadecilurea (incluyendo isómeros), octadecilurea (incluyendo isómeros), nonadecilurea (incluyendo isómeros), fenilurea, N-(metilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(etilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(propilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(butilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(pentilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(hexilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(heptilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(octilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(nonilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(decilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-bifenilurea (incluyendo isómeros), N-(dimetilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(dietilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(dipropilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(dibutilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(dipentilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(dihexilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(diheptilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-terfenilo urea (incluyendo isómeros), N-(trimetilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(triethylfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(tripropilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(tributilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(fenilmetil) urea, N-(feniletil) urea (incluyendo isómeros), N-(fenilpropil) urea (incluyendo isómeros), N-(fenilbutil) urea (incluyendo isómeros), N-(fenilpentil) urea (incluyendo isómeros), N-(fenilhexil) urea (incluyendo isómeros), N-(fenilheptil) urea (incluyendo isómeros), N-(feniloctil) urea (incluyendo isómeros), N-(fenilnonil) urea (incluyendo isómeros), dimetilurea (incluyendo isómeros), dietilurea (incluyendo isómeros), dipropilurea (incluyendo isómeros), dibutilurea (incluyendo isómeros), dipentilurea (incluyendo isómeros), dihexilurea (incluyendo isómeros), diheptilurea (incluyendo isómeros), dioctilurea (incluyendo isómeros), dinonilurea (incluyendo isómeros), didecilurea (incluyendo isómeros), diundecilurea (incluyendo isómeros), didodecilurea (incluyendo isómeros), ditridecilurea (incluyendo isómeros), ditetradecilurea (incluyendo isómeros), dipentadecilurea (incluyendo isómeros), dihexadecilurea (incluyendo isómeros), diheptadecilurea (incluyendo isómeros), dioctadecilurea (incluyendo isómeros), dinonadecilurea (incluyendo isómeros), difenilurea (incluyendo isómeros), di(metilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(etilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(propilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(butilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(pentilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(hexilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(heptilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(octilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(nonilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(decilfenil) urea (incluyendo isómeros),

5 di(bifenil) urea (incluyendo isómeros), di(dimetilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(dietilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(dipropilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(dibutilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(dipentilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(dihexilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(diheptilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(terfenil) urea (incluyendo isómeros), di(trimetilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(trietilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(tripropilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(tributilfenil) urea (incluyendo isómeros), di(fenilmetil) urea (incluyendo isómeros), di(feniletil) urea (incluyendo isómeros), di(fenilpropil) urea (incluyendo isómeros), di(fenilbutil) urea (incluyendo isómeros), di(fenilpentil) urea (incluyendo isómeros), di(fenilhexil) urea (incluyendo isómeros), di(fenilheptil) urea (incluyendo isómeros), di(feniloctil) urea (incluyendo isómeros) y di(fenilnonil) urea (incluyendo isómeros). Entre estas, se usa preferiblemente la urea en la que R¹³, R¹⁴, R¹⁵ y R¹⁶ en la fórmula (42) anterior son átomos de hidrógeno.

Un éster del ácido carbámico no N-sustituido representado por la siguiente fórmula (43) se usa preferiblemente para el éster del ácido carbámico:



(en la que

R¹⁷ representa un grupo alifático que tiene de 1 a 50 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 50 átomos de carbono o un grupo aromático que tiene de 6 a 50 átomos de carbono).

Los ejemplos de grupos alifáticos de R¹⁷ pueden incluir grupos compuestos de átomos no metálicos específicos (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o átomos de halógeno). Los ejemplos preferibles de estos grupos alifáticos pueden incluir grupos en los que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Además, los ejemplos en el caso de un grupo aralquilo se refieren a grupos en los que un grupo alquilo lineal y/o ramificado está sustituido con un grupo aromático, y representan grupos en los que el grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono está sustituido con el grupo aromático que tiene de 6 a 49 átomos de carbono. Como se ha explicado previamente, el grupo aromático preferiblemente se refiere a un grupo compuesto de átomos no metálicos específicos (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o átomos de halógeno), los ejemplos de los cuales pueden incluir un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico reticulado, un grupo aromático de conjunto de anillo y un grupo aromático heterocíclico, y es más preferiblemente un grupo fenilo sustituido y/o sin sustituir, un grupo naftilo sustituido y/o sin sustituir o un grupo antrilo sustituido y/o sin sustituir.

Los ejemplos de grupos aromáticos de R¹⁷ pueden incluir grupos compuestos de átomos no metálicos específicos (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o átomos de halógeno), los ejemplos de los cuales pueden incluir un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico reticulado, un grupo aromático de conjunto de anillo y un grupo aromático heterocíclico, y es más preferiblemente un grupo fenilo sustituido y/o sin sustituir, un grupo naftilo sustituido y/o sin sustituir o un grupo antrilo sustituido y/o sin sustituir. Los sustituyentes pueden estar sustituidos con átomos de hidrógeno, grupos alifáticos (grupos hidrocarburo lineales, grupos hidrocarburo cíclicos y grupos enlazados a al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico)) o los grupos aromáticos mencionados anteriormente, y también pueden ser grupos compuestos de los grupos alifáticos mencionados anteriormente y grupos aromáticos.

Los ejemplos de este R¹⁷ pueden incluir grupos alquilo en los que el número de átomos de carbono que comprende el grupo es de 1 a 50, 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 arilo en los que el número de átomos de carbono que comprende el grupo es de 6 a 50, tales como un grupo fenilo, un grupo metilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo butilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo octilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo decilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo bifenilo (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dibutilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo

dipentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dihexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo diheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo terfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo tripropilfenilo (incluyendo isómeros) o un grupo tributilfenilo (incluyendo isómeros); y, grupos aralquilo en los que el número de átomos de carbono que comprende el grupo es de 7 a 50, tales como un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpropilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilbutilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpentilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilhexilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilheptilo (incluyendo isómeros), un grupo feniloctilo (incluyendo isómeros) o un grupo fenilnonilo (incluyendo isómeros).

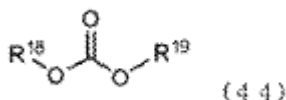
Los ejemplos específicos pueden incluir metil carbamato, etil carbamato, propil carbamato (incluyendo isómeros), butil carbamato (incluyendo isómeros), pentil carbamato (incluyendo isómeros), hexil carbamato (incluyendo isómeros), heptil carbamato (incluyendo isómeros), octil carbamato (incluyendo isómeros), nonil carbamato (incluyendo isómeros), decil carbamato (incluyendo isómeros), undecil carbamato (incluyendo isómeros), dodecil carbamato (incluyendo isómeros), tridecil carbamato (incluyendo isómeros), tetradecil carbamato (incluyendo isómeros), pentadecil carbamato (incluyendo isómeros), hexadecil carbamato (incluyendo isómeros), heptadecil carbamato (incluyendo isómeros), octadecil carbamato (incluyendo isómeros), nonadecil carbamato (incluyendo isómeros), fenil carbamato, (metilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (etilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (propilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (butilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (pentilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (hexilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (heptilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (octilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (nonilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (decilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (dietilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (dihexilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (diheptilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (terfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (triethylfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (tripropilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (tributilfenil) carbamato (incluyendo isómeros), (fenilmetil) carbamato (incluyendo isómeros), (feniletil) carbamato (incluyendo isómeros), (fenilpropil) carbamato (incluyendo isómeros), (fenilbutil) carbamato (incluyendo isómeros), (fenilpentil) carbamato (incluyendo isómeros), (fenilhexil) carbamato (incluyendo isómeros), (fenilheptil) carbamato (incluyendo isómeros), (feniloctil) carbamato (incluyendo isómeros) y (fenilnonil) carbamato (incluyendo isómeros).

El éster de ácido carbámico N-sustituido contenido en la composición para transferir y almacenar la presente realización se produce preferiblemente a partir de una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxil aromático. En este caso, existen muchos casos en los que un éster del ácido carbámico no N-sustituido contenido en la composición para transferir y almacenar es un éster del ácido carbámico no N-sustituido en el que un grupo éster del éster del ácido carbámico no N-sustituido se obtiene a partir de la composición de hidroxil aromático.

<Éster del Ácido Carbónico>

Un éster del ácido carbónico es un componente contenido preferiblemente en una cantidad específica en la composición para transferir y almacenar la presente realización.

Un éster del ácido carbónico se refiere a un compuesto en el que uno o dos de los dos átomos de hidrógeno del ácido carbónico $\text{CO}(\text{OH})_2$ están sustituidos con un grupo alifático o un grupo aromático. En la presente realización, se usa preferiblemente un compuesto representado por la siguiente fórmula (44):



(en la que R^{18} y R^{19} respectivamente e independientemente representan un grupo alifático que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 50 átomos de carbono o un grupo aromático que tiene de 6 a 50 átomos de carbono).

Los ejemplos de grupos alifáticos de R^{18} y R^{19} pueden incluir grupos compuestos de átomos no metálicos específicos (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o átomos de halógeno). Los ejemplos preferibles de estos grupos alifáticos pueden incluir grupos en los que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Además, los ejemplos en el caso de un grupo aralquilo se refieren a grupos en los que un grupo alquilo lineal y/o ramificado está sustituido con un grupo aromático, y representan grupos en los que el grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono está sustituido con el grupo aromático que tiene de 6 a 49 átomos de carbono. Como se ha explicado previamente, el grupo aromático

preferiblemente se refiere a un grupo compuesto de átomos no metálicos específicos (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o átomos de halógeno), los ejemplos de los cuales pueden incluir un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico reticulado, un grupo aromático de conjunto de anillo y un grupo aromático heterocíclico, y es más preferiblemente un grupo fenilo sustituido y/o sin sustituir, un grupo naftilo sustituido y/o sin sustituir o un grupo antrilo sustituido y/o sin sustituir.

Los ejemplos de grupos aromáticos de R¹⁸ y R¹⁹ pueden incluir grupos compuestos de átomos no metálicos específicos (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio o átomos de halógeno), los ejemplos de los cuales pueden incluir un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico reticulado, un grupo aromático de conjunto de anillo y un grupo aromático heterocíclico, y es más preferiblemente un grupo fenilo sustituido y/o sin sustituir, un grupo naftilo sustituido y/o sin sustituir o un grupo antrilo sustituido y/o sin sustituir. Los sustituyentes pueden estar sustituidos con átomos de hidrógeno, grupos alifáticos (grupos hidrocarburo lineales, grupos hidrocarburo cíclicos y grupos enlazados a al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico)) o los grupos aromáticos mencionados anteriormente, y también pueden ser grupos compuestos de los grupos alifáticos mencionados anteriormente y grupos aromáticos.

Los ejemplos de estos R¹⁸ y R¹⁹ 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 arilo, tales como un grupo fenilo, un grupo metilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo butilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo octilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo decilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo bifenilo (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dibutilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dihexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo diheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo terfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo tripropilfenilo (incluyendo isómeros) o un grupo tributilfenilo (incluyendo isómeros); y, grupos aralquilo, tales como un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpropilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilbutilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpentilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilhexilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilheptilo (incluyendo isómeros), un grupo feniloctilo (incluyendo isómeros) o un grupo fenilnonilo (incluyendo isómeros).

Los ejemplos específicos pueden incluir dimetil carbonato, dietil carbonato, dipropil carbonato (incluyendo isómeros), dibutil carbonato (incluyendo isómeros), dipentil carbonato (incluyendo isómeros), dihexil carbonato (incluyendo isómeros), diheptil carbonato (incluyendo isómeros), dioctil carbonato (incluyendo isómeros), dinonil carbonato (incluyendo isómeros), didecil carbonato (incluyendo isómeros), diundecil carbonato (incluyendo isómeros), didodecil carbonato (incluyendo isómeros), ditridecil carbonato (incluyendo isómeros), ditetradecil carbonato (incluyendo isómeros), dipentadecil carbonato (incluyendo isómeros), dihexadecil carbonato (incluyendo isómeros), diheptadecil carbonato (incluyendo isómeros), dioctadecil carbonato (incluyendo isómeros), dinonadecil carbonato (incluyendo isómeros), difenilo carbonato (incluyendo isómeros), di(metilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(etilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(propilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(butilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(pentilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(hexilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(heptilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(octilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(nonilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(decilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(bifenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(dimetilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(dietilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(dipropilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(dibutilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(dipentilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(dihexilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(diheptilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(fenilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(trimetilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(trietilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(tripropilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(tributilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), di(fenilmetil) carbonato (incluyendo isómeros), di(feniletil) carbonato (incluyendo isómeros), di(fenilpropil) carbonato (incluyendo isómeros), di(fenilbutil) carbonato (incluyendo isómeros), di(fenilpentil) carbonato (incluyendo isómeros), di(fenilhexil) carbonato (incluyendo isómeros), di(fenilheptil) carbonato (incluyendo isómeros), di(feniloctil) carbonato (incluyendo isómeros), di(fenilnonil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(etil) carbonato, (metil)(propil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(butil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(pentil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(hexil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(heptil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(octil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(nonil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(dodecil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(tridecil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(tetradecil) carbonato (incluyendo isómeros), (metil)(pentadecil) carbonato

(dietilfenil)(dihexilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(diheptilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(fenilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(trimetilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(trietilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(tripropilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(tributilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(fenilmetil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(feniletil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(fenilpropil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(fenilbutil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(fenilpentil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(fenilhexil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(fenilheptil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(feniloctil) carbonato (incluyendo isómeros), (dietilfenil)(fenilnonil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(dibutilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(dipentilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(dihexilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(diheptilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(fenilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(trimetilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(trietilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(tripropilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(tributilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(fenilmetil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(feniletil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(fenilpropil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(fenilbutil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(fenilpentil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(fenilhexil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(fenilheptil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(feniloctil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipropilfenil)(fenilnonil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(dipentilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(dihexilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(diheptilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(fenilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(trimetilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(trietilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(tripropilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(tributilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(fenilmetil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(feniletil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(fenilpropil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(fenilbutil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(fenilpentil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(fenilhexil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(fenilheptil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(feniloctil) carbonato (incluyendo isómeros), (dibutilfenil)(fenilnonil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(dihexilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(diheptilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(fenilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(trimetilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(trietilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(tripropilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(tributilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(fenilmetil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(feniletil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(fenilpropil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(fenilbutil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(fenilpentil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(fenilhexil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(fenilheptil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(feniloctil) carbonato (incluyendo isómeros), (dipentilfenil)(fenilnonil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(trietilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(tripropilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(tributilfenil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(fenilmetil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(feniletil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(fenilpropil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(fenilbutil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(fenilpentil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(fenilhexil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(fenilheptil) carbonato (incluyendo isómeros), (trimetilfenil)(feniloctil) carbonato (incluyendo isómeros) y (trimetilfenil)(fenilnonil) carbonato (incluyendo isómeros).

El éster de ácido carbámico N-sustituido contenido en la composición para transferir y almacenar la presente realización se produce preferiblemente haciendo reaccionar una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxil aromático. En este caso, el éster de ácido carbónico contenido en la composición para transferir y almacenar es un éster del ácido carbónico en el que un grupo éster del éster de ácido carbónico es un grupo obtenido a partir de la composición de hidroxil aromático.

Además de estar contenido en la composición para transferir y almacenar la presente realización, el éster del ácido carbónico mencionado anteriormente puede estar contenido en un compuesto que tiene un grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico que se recupera durante la producción del éster de ácido carbámico N-sustituido. El éster de ácido carbónico en ese caso es un éster del ácido carbónico en el que un grupo éster del éster de ácido carbónico es un grupo éster obtenido a partir de un compuesto hidroxil aromático usado en la producción del éster de ácido carbámico N-sustituido.

El compuesto recuperado que tiene un grupo carbonilo obtenido a partir de un derivado de ácido carbónico también puede reutilizarse como un material de partida para producir éster de ácido carbámico N-sustituido. En ese momento, además de los compuestos de urea, ésteres de ácido carbámico y ésteres de ácido carbónico descritos previamente, aunque los compuestos de urea, biuretos o nitratos y similares de polímeros o monómeros sustituidos complejos también pueden estar contenidos como compuestos que tienen a grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico, que tales compuestos estén contenidos no representa ningún problema.

<Composición de hidroxil>

La composición de hidroxil en la presente realización se refiere a una composición que contiene un tipo de una pluralidad de tipos de compuestos hidroxil. Aunque un compuesto hidroxil se refiere a un compuesto que tiene un grupo hidroxil (grupo -OH), se utilizan preferiblemente compuestos hidroxil que componen la composición de hidroxil y son

compuestos en los que un grupo hidroxilo (grupo -OH) está enlazado a un átomo de carbono en forma de un alcohol y/o compuesto hidroxilo aromático.

<Composición de Hidroxilo: Alcohol>

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



(en la que

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

20 Aunque la expresión "hidrógeno activo" se utiliza en la explicación anterior, un "hidrógeno activo" se refiere a un átomo de hidrógeno enlazado a un átomo de oxígeno, átomo de azufre, átomo de nitrógeno o átomo de silicio y similares (excluyendo grupos hidroxilo aromáticos), y un átomo de hidrógeno de un grupo metino terminal. Los ejemplos de estos hidrógenos activos pueden incluir hidrógeno contenido en un grupo atómico, tal como un grupo -OH, grupo -C(=O)OH, grupo -C(=O)H, grupo -SH, grupo -SO₃H, grupo -SO₂H, grupo -SOH, grupo -NH₂, grupo -NH-, grupo -SiH o grupo -C≡CH. Aunque un grupo hidroxilo (grupos -OH) también contiene un hidrógeno activo, puesto que el grupo hidroxilo está contenido en la composición o materiales de partida de reacción de la presente realización y no tiene ningún efecto nocivo sobre el mismo, a menos que se indique específicamente lo contrario, se excluyen grupos hidroxilo de los grupos que contienen hidrógeno activo. Aunque la expresión "hidrógeno activo" se utiliza habitualmente en otros lugares de la presente realización, la definición descrita anteriormente también se aplica a la misma.

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

45 Los ejemplos de este R^{20} pueden incluir grupos alquilo y/o grupos cicloalquilo y/o grupos cicloalquilo sustituidos con un grupo alquilo y/o grupos alquilo sustituidos con un grupo cicloalquilo, tal 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 dodecilo (incluyendo isómeros), un grupo octadecilo (incluyendo isómeros), grupo ciclopentilo, grupo ciclohexilo, grupo cicloheptilo, grupo ciclooctilo, grupo metilciclopentilo (incluyendo isómeros), grupo etilciclopentilo (incluyendo isómeros), grupo metilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo etilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo propilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo butilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo pentilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo hexilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo dimetilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo dietilciclohexilo (incluyendo isómeros) o grupo dibutilciclohexilo (incluyendo isómeros); y, grupos aralquilo, tales como un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpropilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilbutilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpentilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilhexilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilheptilo (incluyendo isómeros), un grupo feniloctilo (incluyendo isómeros) o un grupo fenilnonilo (incluyendo isómeros).

65 Entre estos alcoholes, son preferibles alcoholes que tienen uno o dos grupos hidroxilo alcohólicos (grupos hidroxilo añadidos directamente a un átomo de carbono distinto de un grupo aromático que compone el compuesto hidroxilo) en

consideración de uso industrial debido a su típicamente baja viscosidad, mientras que los monoalcoholes en los que el número de los grupos hidroxil alcoholícos es 1 son más preferibles.

Los ejemplos específicos pueden incluir alcoholes de alquilo y/o alcoholes de cicloalquilo y/o alcoholes de cicloalquilo sustituidos con un grupo alquilo y/o alcoholes de alquilo sustituidos con un grupo cicloalquilo, tal como metanol, etanol, propanol (incluyendo isómeros), butanol (incluyendo isómeros), pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros), heptanol (incluyendo isómeros), octanol (incluyendo isómeros), nonanol (incluyendo isómeros), decanol (incluyendo isómeros), dodecanol (incluyendo isómeros), octadecanol (incluyendo isómeros), ciclopentanol, ciclohexanol, cicloheptanol, ciclooctanol, metilciclopentanol (incluyendo isómeros), etilciclopentanol (incluyendo isómeros), metilciclohexanol (incluyendo isómeros), etilciclohexanol (incluyendo isómeros), propilciclohexanol (incluyendo isómeros), butilciclohexanol (incluyendo isómeros), pentilciclohexanol (incluyendo isómeros), hexilciclohexanol (incluyendo isómeros), dimetilciclohexanol (incluyendo isómeros), dietilciclohexanol (incluyendo isómeros) o dibutilciclohexanol; y alcoholes de alquilo sustituido con un grupo arilo, tal como fenilmetanol, feniletanol (incluyendo isómeros), fenilpropanol (incluyendo isómeros), fenilbutanol (incluyendo isómeros), fenilpentanol (incluyendo isómeros), fenilhexanol (incluyendo isómeros), fenilheptanol (incluyendo isómeros), feniloctanol (incluyendo isómeros) o fenilnonanol (incluyendo isómeros).

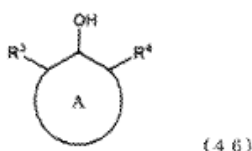
Entre estas, se usan preferentemente alcoholes de alquilo que tienen de 1 a 20 átomos de carbono desde los puntos de vista de facilidad de adquisición, solubilidad de los materiales de partida y productos, y similares.

<Composición de Hidroxi: Compuesto Hidroxi Aromático>

De acuerdo con la invención la composición de hidroxi es un compuesto hidroxi aromático. En este caso, la composición de hidroxi habitualmente se refiere a una composición de hidroxi aromático. Aquí, los compuestos hidroxi aromáticos se clasifican como fenoles y se refieren a "compuestos que tienen uno o más grupos hidroxil unido a un benceno u otro anillo areno" como se indica en la definición de la IUPAC (Norma C-202).

El compuesto hidroxi aromático es preferiblemente un compuesto hidroxi aromático de monovalente a trivalente (en concreto, en el que el número de grupos hidroxil enlazados al anillo aromático es un número entero de 1 a 3) en consideración del uso industrial debido a la típicamente baja viscosidad de los mismos, mientras que un compuesto hidroxi aromático monovalente (en concreto, en el que el número de grupos hidroxil enlazados al el anillo aromático es 1) es más preferible.

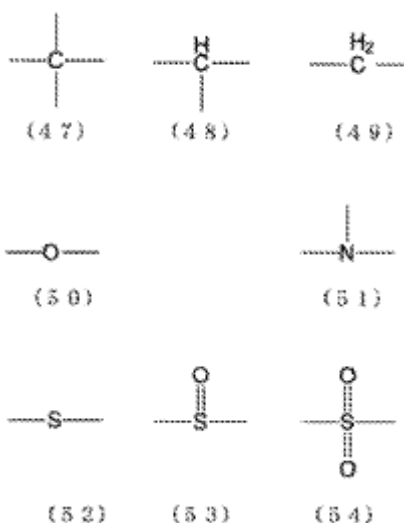
Un compuesto hidroxi aromático que compone (o está contenido en) la composición de hidroxi aromático es al menos un tipo de compuesto hidroxi aromático representado por la siguiente fórmula (46):



(en la que

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático opcionalmente sustituido y puede ser monocíclico o policíclico, R^3 y R^4 respectivamente e independientemente representan un átomo de hidrógeno o un grupo orgánico, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxi aromático es un número entero de 6 a 50, y R^3 y R^4 pueden enlazarse con A para formar una estructura de anillo).

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



5 Entre tales sustituyentes, los sustituyentes que pueden usarse preferiblemente en la presente realización en consideración de menos susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias contienen grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de conjunto de anillo o un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral), y grupos enlazados a al menos un tipo de grupo seleccionado entre este grupo (grupos mutuamente sustituidos).

10 En la fórmula (46) anterior, R^3 y R^4 son preferiblemente grupos definidos mediante los siguientes (i) a (v):

- 15 (i) un átomo de hidrógeno,
 (ii) un átomo de halógeno,
 (iii) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el átomo de nitrógeno es un átomo de nitrógeno secundario o terciario (en concreto, un átomo de nitrógeno que forma un enlace de -NH- o nitrógeno que no enlaza a hidrógeno), y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo el hidrógeno enlazado al átomo de nitrógeno en la posición α),
 20 (iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y que no contiene hidrógeno activo, y
 (v) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y que no contiene hidrógeno activo.

25 Aunque la expresión "átomo en la posición α " se utiliza en la explicación precedente, un "átomo en la posición α " se refiere a un átomo que compone los R^3 y R^4 que es adyacente a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están enlazados los grupos R^3 y R^4 .

30 Aunque se ha explicado previamente, un "hidrógeno activo" se refiere a un átomo de hidrógeno enlazado a un átomo de oxígeno, un átomo de azufre, un átomo de nitrógeno un átomo de silicio, y similares (excluyendo grupos hidroxí aromáticos), y un átomo de hidrógeno de un grupo metino terminal. Los ejemplos de estos hidrógenos activos pueden incluir hidrógeno contenido en un grupo atómico, tal como un grupo -OH, un grupo -C(=O)OH, un grupo -C(=O)H, un grupo -SH, un grupo -SO₃H, un grupo -SO₂H, un grupo -SOH, un grupo -NH₂, un grupo -NH-, un grupo -SiH o un grupo -C≡CH. Aunque un grupo hidroxí aromático (grupo -OH enlazado directamente a un anillo aromático) también contiene un hidrógeno activo, puesto que el grupo hidroxí está contenido en la composición o materiales de partida de reacción de la presente realización y no tiene ningún efecto nocivo sobre el mismo, se excluyen grupos hidroxí aromáticos de los grupos que contienen hidrógeno activo.

40 En el caso de transferir una composición que contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido a alta temperatura o en el caso de hacer reaccionar una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxí aromático y obtener un O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido a alta temperatura, se prefiere un compuesto hidroxí aromático en el que el sustituyente que sustituye el anillo A del compuesto hidroxí aromático (excluyendo R^3 y R^4) es un sustituyente inactivo. Aquí, un sustituyente inactivo se refiere a un grupo en el que el sustituyente inactivo no contiene ningún hidrógeno activo como se ha descrito previamente (aunque puede tener un grupo hidroxí aromático).

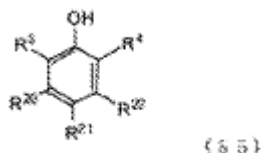
45 Los ejemplos de tales sustituyentes que sustituyen el anillo A (excluyendo R^3 y R^4) pueden incluir un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (alquil éter y/o aril éter y/o aralquil éter sustituido y/o no sustituido); un grupo al que está enlazado un grupo seleccionado entre uno o más tipos de los grupos mencionados anteriormente; un grupo seleccionado entre

grupos en los que un grupo seleccionado entre uno o más tipos de los grupos mencionados anteriormente se selecciona entre grupos compuestos de un grupo enlazado con un enlace de hidrocarburo saturado y/o un enlace de éter; y, un grupo que es un átomo de halógeno y en el que el total del número de átomos de carbono que componen el anillo A y el número de átomos de carbono que componen todos los sustituyentes que sustituyen el anillo A es un número entero de 6 a 50.

Además, en la definición mencionada anteriormente (iii), se describe el caso en el que un átomo de nitrógeno en la posición α de R^3 y R^4 es un átomo de nitrógeno que forma un enlace de -NH-. De acuerdo con la definición de un "hidrógeno activo" según se ha descrito previamente, un átomo de hidrógeno de este enlace de -NH- también es un hidrógeno activo. Sin embargo, como resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, un átomo de hidrógeno enlazado a un átomo de nitrógeno en la posición α tiene baja reactividad, y en la presente realización, se determinó que apenas tiene efectos nocivos. Los inventores de la presente invención supusieron que esto es debido a un impedimento estérico atribuible a un grupo hidroxilo.

En la fórmula (46) anterior, los ejemplos del anillo A pueden incluir un anillo de benceno, un anillo naftaleno, un anillo antraceno, un anillo fenantreno, un anillo naftaceno, un anillo criseno, un anillo pireno, un anillo trifenileno, un anillo pentaleno, un anillo azuleno, un anillo heptaleno, un anillo indaceno, un anillo bifenileno, un anillo acenaftileno, un anillo aceantrileno y un anillo acefenantrileno. Más preferentemente, el anillo A tiene una estructura que contiene al menos una estructura seleccionada entre un anillo de benceno y un anillo naftaleno.

Por otra parte, en consideración de uso industrial, es preferible un compuesto hidroxilo aromático que es fácilmente adquirible y tiene un esqueleto de benceno del mismo. Los ejemplos preferibles de tal compuesto hidroxilo aromático pueden incluir compuestos hidroxilo aromáticos representados por la siguiente fórmula (55):



(en la que

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

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

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

alcoxi que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo polioxilalquilen alquil éter que tiene de 2 a 44 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, y un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores.

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

10 Además, aunque la expresión "grupo aralquiloxi" se usa en la explicación anterior, un "grupo aralquiloxi" representa un grupo en el que un átomo de oxígeno está enlazado a un grupo aralquilo definido previamente.

Los ejemplos de estos R^3 , R^4 , R^{20} , R^{21} y R^{22} pueden incluir grupos alquilo y/o grupos cicloalquilo y/o grupos cicloalquilo sustituidos con un grupo alquilo y/o grupos alquilo sustituidos con un grupo cicloalquilo, tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (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 dodecilo (incluyendo isómeros), un grupo octadecilo (incluyendo isómeros), grupo ciclopentilo, grupo ciclohexilo, grupo cicloheptilo, grupo ciclooctilo, grupo metilciclopentilo (incluyendo isómeros), grupo etilciclopentilo (incluyendo isómeros), grupo metilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo etilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo propilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo butilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo pentilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo hexilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo dimetilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo dietilciclohexilo (incluyendo isómeros) o grupo dibutilciclohexilo (incluyendo isómeros); grupos alcoxi y/o grupos cicloalcoxi y/o grupos cicloalcoxi sustituidos con un grupo alcoxi y/o grupos alcoxi sustituidos con un grupo cicloalcoxi, tal como un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propoxi (incluyendo isómeros), un grupo butiloxi (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), un grupo deciloxi (incluyendo isómeros), un grupo dodeciloxi (incluyendo isómeros), un grupo octadeciloxi (incluyendo isómeros), un grupo ciclopentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo ciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo cicloheptiloxi (incluyendo isómeros), un grupo ciclooctiloxi (incluyendo isómeros), un grupo metilciclopentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo etilciclopentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo metilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo etilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo propilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo butilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo hexilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo dietilciclohexiloxi (incluyendo isómeros) o un grupo dibutilciclohexiloxi (incluyendo isómeros); grupos arilo sustituidos o sin sustituir, tales como un grupo fenilo, un grupo metilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo butilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo octilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo decilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo bifenilo (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dibutilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dihexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo diheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo terfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo tripropilfenilo (incluyendo isómeros) o un grupo tributilfenilo (incluyendo isómeros); grupos ariloxi sustituidos o sin sustituir, tales como un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo propilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo butilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo heptilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo octilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo nonilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo decilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dibutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dipentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dihexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo diheptilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo difenilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trietilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo tripropilfenoxi (incluyendo isómeros) o un grupo tributilfenoxi (incluyendo isómeros); grupos aralquilo, tales como un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpropilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilbutilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpentilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilhexilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilheptilo (incluyendo isómeros), un grupo feniloctilo (incluyendo isómeros) o un grupo fenilnonilo (incluyendo isómeros); y, grupos aralquiloxi, tales como un grupo fenilmetoxi, un grupo feniletoxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilpropiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilbutiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilpentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilhexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilheptiloxi (incluyendo isómeros), un grupo feniloctiloxi (incluyendo isómeros) o un grupo fenilnoniloxi (incluyendo isómeros).

Entre estos compuestos hidroxil aromáticos, se utilizan preferiblemente compuestos hidroxil aromáticos en los que R^{20} y R^{22} son átomos de hidrógeno.

65

Los ejemplos preferibles de compuesto hidroxí aromáticos representados por la fórmula (46) indicada previamente, así como ejemplos específicos de compuestos hidroxí aromáticos representados por la fórmula (55) mencionada anteriormente pueden incluir clorofenol (incluyendo isómeros), bromofenol (incluyendo isómeros), diclorofenol (incluyendo isómeros), dibromofenol (incluyendo isómeros), triclorofenol (incluyendo isómeros), tribromofenol (incluyendo isómeros), 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), octadecilfenol (incluyendo isómeros), 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), dioctadecilfenol (incluyendo isómeros), 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), trioctadecilfenol (incluyendo isómeros), (metoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (etoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (propoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (butiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (pentiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (hexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (heptiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (octiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (noniloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (deciloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (dodeciloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (octadeciloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (cicloheptiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (ciclooctiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (metilcicloheptiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (etilcicloheptiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (metilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (etilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (propilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (butilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (pentilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (hexilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (dimetilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (dietilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (dibutilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (fenoximetil) fenol, (metilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (etilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (propilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (butilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (pentilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (hexilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (heptilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (octilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (nonilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (decilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (fenilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (dimetilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (dietilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (dipropilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (dibutilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (dipentilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (dihexilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (diheptilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (difenilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (trimetilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (triethylfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (tripropilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (tributilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (fenilmetoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (feniletoximetil) fenol (incluyendo isómeros), (fenilpropiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (fenilbutiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (fenilpentiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (fenilhexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (fenilheptiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (feniloctiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), (fenilnoniloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(metoximetil) fenol, di(etoximetil) fenol, di(propoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(butiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(pentiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(hexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(heptiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(octiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(noniloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(deciloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(dodeciloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(octadeciloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(cicloheptiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(ciclooctiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(metilcicloheptiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(etilcicloheptiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(metilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(etilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(propilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(butilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(pentilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(hexilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(dimetilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(dietilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(dibutilciclohexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(fenoximetil) fenol, di(metilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(etilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(propilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(butilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(pentilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(hexilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(nonilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(decilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(octilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(fenilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(dimetilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(dietilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(dipropilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(dibutilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(dipentilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(dihexilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(diheptilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), bis(difenilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(trimetilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(triethylfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(tributilfenoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(fenilmetoximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(fenilbutiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(fenilpentiloximetil) fenol (incluyendo isómeros), di(fenilhexiloximetil) fenol (incluyendo isómeros),

tri(hexilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(heptilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(octilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(nonilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(decilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tribifeniloxifenol (incluyendo isómeros), tri(dimetilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(dietilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(dipropilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(dibutilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(dipentilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(dihexilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(diheptilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(terfeniloxifenol) (incluyendo isómeros), tri(trimetilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(trietilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(tripropilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(tributilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilmetiloxi) fenol, tri(feniletiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilpropiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilbutiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilpentiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilhexiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilheptiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(feniloctiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilnoniloxi) fenol (incluyendo isómeros), fenilfenol (incluyendo isómeros), hidroxifenilo fenol (incluyendo isómeros), hidroxifenoxi fenol (incluyendo isómeros), hidroxifenilpropil fenol (incluyendo isómeros) y naftol (incluyendo isómeros).

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

Además, el compuesto hidroxil aromático forma un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido (los detalles de lo cual se describen más adelante en el presente documento) y el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se usa en forma de un derivado de isocianato. Aunque más adelante en el presente documento se describirán detalles de un método para producir un derivado de isocianato a partir de un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a partir del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, este método implica obtener un compuesto hidroxil aromático obtenido a partir del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y un isocianato mediante la descomposición térmica del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. En consideración de la fórmula de reacción, el compuesto hidroxil aromático formado en ese momento es un compuesto hidroxil aromático contenido en la composición de hidroxil aromático utilizada cuando se produce el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Concretamente, un compuesto hidroxil aromático de fórmula (46), y preferiblemente fórmula (55), se produce como un subproducto junto con isocianato durante la descomposición térmica del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. En una de las presentes realizaciones, aunque dependiendo del caso particular, el compuesto hidroxil aromático e isocianato se separan por destilación siguiendo la etapa de descomposición térmica, y el compuesto hidroxil aromático separado puede reciclarse en forma de una composición de hidroxil aromático en la reacción entre la amina orgánica, derivado de ácido carbónico y compuesto hidroxil aromático. Por lo tanto, en consideración del proceso a través de la etapa de producción de isocianato, es necesario tomar en consideración la separabilidad del compuesto hidroxil aromático que sirve como material de partida del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y el isocianato formado a partir del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Aunque es difícil definir generalmente la separabilidad, se define en base al descubrimiento de que generalmente dos componentes que van a separarse puedan separarse adecuadamente por destilación industrialmente si los puntos de ebullición convencionales de los mismos están separados por 10 °C o más. Por lo tanto, esta definición se refiere a un valor que está limitado por los medios de separación conocidos actualmente, y no está destinada a servir como una base de la presente realización.

La siguiente Tabla (1) indica los puntos de ebullición convencionales de compuestos hidroxil aromáticos o puntos de ebullición a presión reducida en el caso de que la medición de los mismos sea difícil a presión normal. Aunque la reactividad del compuesto hidroxil aromático que compone la composición de hidroxil aromático usada en la presente realización con un compuesto que contiene un grupo ureido y/o un -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido (más adelante en el presente documento se describirán detalles con respecto a este -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido) y/o urea es importante, el punto de ebullición convencional también es un índice de selección importante con respecto a la separación de cada componente. Como se muestra en la siguiente Tabla (1), los tipos y números de sustituyentes, las localizaciones de sustituyentes y similares tienen una influencia considerable sobre el punto de ebullición del compuesto hidroxil aromático. El punto de ebullición es una propiedad física que también depende de las fuerzas intermoleculares, y es comúnmente conocido entre las personas con una habilidad común en la técnica que es incapaz de definirse mediante la estructura de una sola molécula. Por lo tanto, la selección de un compuesto hidroxil aromático de acuerdo con un aspecto importante de la presente invención en forma de punto de ebullición convencional se realiza midiendo o investigando la estructura y propiedades (punto de ebullición convencional) del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido deseado (los detalles de lo cual se describirán más adelante en el presente documento) y/o isocianato. La medición del punto de ebullición convencional puede realizarse con métodos conocidos, y puede realizarse rutinariamente por un investigador con una habilidad habitual en el campo técnico pertinente. Como se ha descrito anteriormente, es difícil definir la separación de compuestos hidroxil aromáticos utilizados en la presente invención con una estructura, tal como una fórmula general, y el método pretendido de la presente realización no es predecir el punto de ebullición convencional de un compuesto hidroxil aromático. Por lo tanto, una persona con una habilidad común en la técnica es capaz de realizar la presente realización mediante referencia o medición del punto de ebullición convencional correspondiente al compuesto utilizado según se ha descrito previamente.

[Tabla 1]

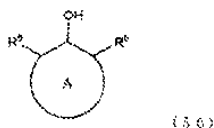
Compuestos Hidroxi Aromáticos	Punto de Ebullición °C (los valores entre paréntesis indican presión durante la medición, y la ausencia de valores entre paréntesis significa que la medición se realizó a presión normal)
Fenol	182
2-metilfenol	191
3-metilfenol	203
4-metilfenol	202
2,4-dimetilfenol	211
2,6-dimetilfenol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

Compuestos Hidroxi Aromáticos	Punto de Ebullición °C (los valores entre paréntesis indican presión durante la medición, y la ausencia de valores entre paréntesis significa que la medición se realizó a presión normal)
4-cloro-2-metilfenol	220-225
2-cloro-4-metilfenol	195-196

A continuación, se da una explicación de un compuesto hidroxi aromático activo. Los compuestos hidroxi aromáticos representados por la fórmula (46) y/o fórmula (55) mencionadas anteriormente pueden utilizarse preferiblemente como compuestos hidroxi aromáticos que componen la composición de hidroxi aromático utilizada en la composición para transferir y almacenar -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Además, estos compuestos hidroxi aromáticos también pueden utilizarse preferiblemente como compuestos hidroxi aromáticos que componen la composición de hidroxi aromático utilizada cuando se produce O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxi aromático o haciendo reaccionar el compuesto que tiene los grupos ureido y la composición de hidroxi aromático. Aunque los últimos compuestos hidroxi aromáticos que componen la composición de hidroxi aromático utilizada para producir un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se incluyen en aquellos representados por la fórmula (46) y/o fórmula (55) mencionadas anteriormente, estos incluyen preferiblemente compuestos hidroxi aromáticos representados por la siguiente fórmula (56) en particular (compuestos hidroxi aromáticos representados por la siguiente fórmula (56) se denominan frecuentemente "compuestos hidroxi aromáticos activos" en la presente memoria descriptiva para indicar su facilidad de reacción). Estos compuestos hidroxi aromáticos activos representados por la siguiente fórmula (56) no se utilizan únicamente para producir -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, sino que también pueden utilizarse solos como un compuesto hidroxi aromático que compone la composición de hidroxi aromático utilizada en la composición para transferir y almacenar -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, o también pueden utilizarse como un tipo de compuesto hidroxi aromático que compone la composición de hidroxi aromático.

Como un resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, en la producción de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a partir de la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxi aromático, se determinó que eran casos en los que la tasa de formación del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido variaba considerablemente dependiendo del compuesto hidroxi aromático utilizado. Como resultado de la realización adicional de estudios más extensivos, se encontró que la tasa de formación del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido depende del tipo de sustituyente en la posición orto en relación al grupo hidroxi del compuesto hidroxi aromático utilizado, y que cuando el compuesto hidroxi aromático se utiliza para que tenga un sustituyente específico en la posición orto, la tasa de formación de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido es mucho mayor en el caso de utilizar otros compuestos hidroxi aromáticos. Este descubrimiento del compuesto hidroxi aromático específico que demuestra que tal efecto no se encuentra en la técnica anterior y es sorprendente. Aunque el mecanismo mediante el cual se demuestra este efecto no es claro, los inventores de la presente invención supusieron que los grupos hidroxi que sirven como sitios de reacción están estéricamente inhibidos en el caso en el que el tamaño de un grupo enlazado a un átomo en la posición α es igual o superior a un tamaño específico.

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

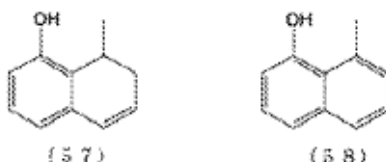


(en la que

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R^5 y R^6 respectivamente e independientemente representan cualquier grupo definido en (i) a (v) anteriormente, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxi aromático es un número entero de 6 a 50, y R^5 y R^6 pueden formar una estructura de anillo mediante enlace con A:

- (i) un átomo de hidrógeno,
- (ii) un átomo de halógeno,
- (iii) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo el hidrógeno enlazado al átomo de nitrógeno en la posición α), siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno secundario (en concreto, un átomo de nitrógeno que forma un enlace de -NH-),

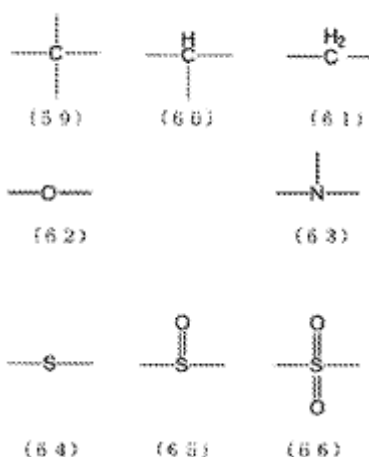
(iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario o secundario (en concreto, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace de $-\text{CH}_2-$), con la condición de que en el caso de que R^5 y/o R^6 formen una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo aromático A y el anillo condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario como en el caso de, por ejemplo, la siguiente fórmula (57) o fórmula (58), y en el caso en el que el carbono en la posición α forma un doble enlace o triple enlace con un átomo de la posición β (átomo que forma el R^5 y R^6 y que también es adyacente a un átomo enlazado al anillo aromático del anillo A) también, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario:



y,
 (v) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y el número de carbonos es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo).

Además, aunque la expresión "átomo en la posición α " se utiliza en la explicación precedente de la fórmula (56), un "átomo en la posición α " se refiere a un átomo que compone los R^5 y R^6 que es adyacente a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están enlazados los grupos R^5 y R^6 .

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



Entre tales sustituyentes, los ejemplos de sustituyentes que pueden utilizarse preferiblemente en la presente realización en consideración de menor susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias pueden incluir grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de conjunto de anillo o un grupo hidrocarburo cíclico

que tiene una cadena lateral), y grupos enlazados a al menos un tipo de grupo seleccionado entre este grupo (grupos mutuamente sustituidos).

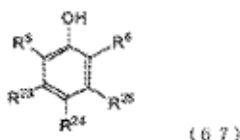
5 En el caso de transferir una composición que contiene un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a alta temperatura o en el caso de hacer reaccionar una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxí aromático y obtener un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a alta temperatura, el sustituyente que sustituye el anillo A del compuesto hidroxí aromático (excluyendo R⁵ y R⁶) es preferiblemente un sustituyente inactivo en forma de un compuesto hidroxí aromático. Aquí, un sustituyente inactivo se refiere a un grupo en el que el sustituyente inactivo no contiene ningún hidrógeno activo como se ha descrito previamente (aunque puede tener un grupo hidroxí aromático).

10 Los ejemplos de tales sustituyentes que sustituyen el anillo A (excluyendo R⁵ y R⁶) pueden incluir un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (alquil éter y/o aril éter y/o aralquil éter sustituido y/o no sustituido); un grupo al que está enlazado un grupo seleccionado entre uno o más tipos de los grupos mencionados anteriormente; un grupo seleccionado entre grupos en los que un grupo seleccionado entre uno o más tipos de los grupos mencionados anteriormente se selecciona entre grupos compuestos de un grupo enlazado con un enlace de hidrocarburo saturado y/o un enlace de éter; y un grupo que es un átomo de halógeno y en el que el total del número de átomos de carbono que componen el anillo A y el número de átomos de carbono que componen todos los sustituyentes que sustituyen el anillo A es un número entero de 6 a 50.

15 Además, en la definición mencionada anteriormente (iii), se describe el caso en el que un átomo de nitrógeno en la posición α de R⁵ y R⁶ es un átomo de nitrógeno que forma un enlace de -NH-. De acuerdo con la definición del "hidrógeno activo" según se ha descrito previamente, un átomo de hidrógeno de este enlace de -NH- también es un hidrógeno activo. Sin embargo, como resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, un átomo de hidrógeno enlazado a un átomo de nitrógeno en la posición α tiene baja reactividad, y en la presente realización, se determinó que apenas tiene efectos nocivos. Los inventores de la presente invención supusieron que esto es debido a un impedimento estérico atribuible a un grupo hidroxí.

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

25 Por otra parte, en consideración de uso industrial, es preferible un compuesto hidroxí aromático que es fácilmente adquirible y tiene un esqueleto de benceno del mismo. Los ejemplos preferibles de tal compuesto hidroxí aromático pueden incluir compuestos hidroxí aromáticos representados por la siguiente fórmula (67):



30 (en la que

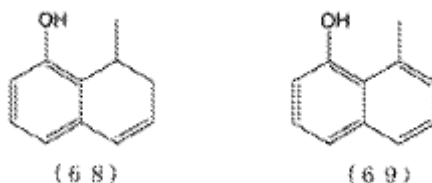
35 R⁵ y R⁶ son los grupos definidos anteriormente, R²³, R²⁴ y R²⁵ respectivamente e independientemente representan un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (alquil éter y/o aril éter y/o aralquil éter sustituido y/o no sustituido); un grupo al que está enlazado un grupo seleccionado entre uno o más tipos de los grupos anteriores; un grupo seleccionado entre grupos en los que uno o más tipos de los grupos anteriores está compuesto de un grupo enlazado con un enlace alifático saturado y/o un enlace de éter; un átomo de halógeno; o un átomo de hidrógeno, y el número total de átomos de carbono que componen el R⁵, R⁶, R²³, R²⁴ y R²⁵ es un número entero de 0 a 44).

40 En la fórmula (67) anterior, R⁵ y R⁶ son preferiblemente grupos seleccionados independientemente entre los grupos indicados en (i) a (v) más adelante:

45 (i) un átomo de hidrógeno,
 (ii) un átomo de halógeno,
 (iii) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo el hidrógeno enlazado al átomo de nitrógeno en la posición α), el átomo de nitrógeno que es un átomo de nitrógeno secundario (en concreto, un átomo de nitrógeno que forma un enlace de -NH-), y el grupo enlazado al átomo de nitrógeno en la posición α se selecciona entre un

grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono y un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos mencionados anteriormente,

(iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario o secundario (en concreto, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace de $-\text{CH}_2-$), con la condición de que en el caso de que R^5 y/o R^6 formen una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo aromático A y el anillo condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario como en el caso de, por ejemplo, la siguiente fórmula (68) o fórmula (69). También en el caso de que el carbono en la posición α forma un doble enlace o triple enlace con un átomo de la posición β (átomo que forma el R^5 y R^6 y que también es adyacente a un átomo enlazado al anillo aromático del anillo A) también, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario:



y un grupo distinto de un átomo de hidrógeno que está enlazado al átomo de carbono en la posición α es respectivamente e independientemente un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo polioxialquilen alquil éter que tiene de 2 a 43 átomos y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, y un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores, y

(v) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 20, y que no contiene hidrógeno activo, y el grupo enlazado al átomo de oxígeno en la posición α es un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo polioxialquilen alquil éter que tiene de 2 a 44 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, y un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores.

Por otra parte, R^{23} , R^{24} y R^{25} son preferiblemente grupos seleccionados independientemente entre los grupos indicados en (vi) a (x) más adelante:

(vi) un átomo de hidrógeno,

(vii) un átomo de halógeno,

(viii) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y tres grupos enlazados al átomo de carbono en la posición α se seleccionan respectivamente e independientemente entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo polioxialquilen alquil éter que tiene de 2 a 43 átomos y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores, y un átomo de hidrógeno,

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

(x) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y el grupo enlazado al átomo de oxígeno en la posición α es un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo polioxialquilen alquil éter que tiene de 2 a 44 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, y un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores.

Además, aunque la expresión "átomo en la posición α " se usa en la explicación precedente de la fórmula (67) anterior, un "átomo en la posición α " se refiere a un átomo que compone el R⁵, R⁶, R²³, R²⁴ y R²⁵ que es adyacente a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están enlazados los grupos R⁵, R⁶, R²³, R²⁴ y R²⁵.

5 Los ejemplos de tales grupos R²³, R²⁴ y R²⁵ pueden incluir grupos alquilo y/o grupos cicloalquilo y/o grupos cicloalquilo sustituidos con un grupo alquilo y/o grupos alquilo sustituidos con un grupo cicloalquilo, tal 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 dodecilo (incluyendo isómeros), un grupo octadecilo (incluyendo isómeros), grupo ciclopentilo, grupo ciclohexilo, grupo cicloheptilo, grupo ciclooctilo, grupo metilciclopentilo (incluyendo isómeros), grupo etilciclopentilo (incluyendo isómeros), grupo metilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo etilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo propilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo butilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo pentilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo hexilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo dimetilciclohexilo (incluyendo isómeros), grupo dietilciclohexilo (incluyendo isómeros) o grupo dibutilciclohexilo (incluyendo isómeros); grupos alcoxi y/o grupos cicloalcoxi y/o grupos cicloalcoxi sustituidos con un grupo alcoxi y/o grupos alcoxi sustituidos con un grupo cicloalcoxi, tal como un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propoxi (incluyendo isómeros), un grupo butiloxi (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), un grupo deciloxi (incluyendo isómeros), un grupo dodeciloxi (incluyendo isómeros), un grupo octadeciloxi (incluyendo isómeros), un grupo ciclopentiloxi, un grupo ciclohexiloxi, un grupo cicloheptiloxi, un grupo ciclooctiloxi, un grupo metilciclopentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo etilciclopentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo metilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo etilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo propilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo butilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo hexilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilciclohexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo dietilciclohexiloxi (incluyendo isómeros) o un grupo dibutilciclohexiloxi (incluyendo isómeros); grupos arilo opcionalmente sustituidos, tales como un grupo fenilo, un grupo metilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo butilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo octilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo decilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo bifenilo (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dibutilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dihexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo diheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo terfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo tripropilfenilo (incluyendo isómeros) o un grupo tributilfenilo (incluyendo isómeros); grupos ariloxi opcionalmente sustituidos, tales como un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo propilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo butilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo heptilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo octilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo nonilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo decilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dibutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dipentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dihexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo diheptilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo difenilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trietilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo tripropilfenoxi (incluyendo isómeros) o un grupo tributilfenoxi (incluyendo isómeros); grupos aralquilo, tales como un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpropilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilbutilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpentilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilhexilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilheptilo (incluyendo isómeros), un grupo feniloctilo (incluyendo isómeros) o un grupo fenilnonilo (incluyendo isómeros); y, grupos aralquilo, tales como un grupo fenilmetoxi, un grupo feniletoxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilpropiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilbutiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilpentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilhexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilheptiloxi (incluyendo isómeros), un grupo feniloctiloxi (incluyendo isómeros) o un grupo fenilnoniloxi (incluyendo isómeros).

55 Los ejemplos preferibles de compuestos hidroxil aromáticos representados por la fórmula (56) anterior pueden incluir los compuestos listados más adelante, mientras que los ejemplos específicos de compuestos hidroxil aromáticos representados por la fórmula (67) anterior también se listan más adelante.

60 Más específicamente, los ejemplos de estos compuestos pueden incluir clorofenol (incluyendo isómeros), bromofenol (incluyendo isómeros), diclorofenol (incluyendo isómeros), dibromofenol (incluyendo isómeros), triclorofenol (incluyendo isómeros), tribromofenol (incluyendo isómeros), fenol, metilfenol (incluyendo isómeros), etilfenol (incluyendo isómeros), 2-n-propilfenol (incluyendo isómeros), 2-n-butilfenol (incluyendo isómeros), 2-n-pentilfenol (incluyendo isómeros), 2-n-hexilfenol (incluyendo isómeros), 2-n-heptilfenol (incluyendo isómeros), 2-n-octilfenol (incluyendo isómeros), 2-n-nonilfenol (incluyendo isómeros), 2-n-decilfenol (incluyendo isómeros), 2-n-dodecilfenol (incluyendo isómeros), 2-n-octadecilfenol (incluyendo isómeros), 3-propilfenol (incluyendo isómeros), 3-butilfenol (incluyendo isómeros), 3-pentilfenol (incluyendo isómeros), 3-hexilfenol (incluyendo isómeros), 3-heptilfenol (incluyendo isómeros).

tri(dipentilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(dihexilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(diheptilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), triterfeniloxifenol (incluyendo isómeros), tri(trimetilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(trietilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(tripropilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(tributilfeniloxi) fenol (incluyendo isómeros), (fenilmetiloxi) fenol, tri(feniletiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilpropiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilbutiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilpentiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilhexiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilheptiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(feniloctiloxi) fenol (incluyendo isómeros), tri(fenilnoniloxi) fenol (incluyendo isómeros) y naftol (incluyendo isómeros).

Los ejemplos más preferibles de los compuestos hidroxil aromáticos listados anteriormente pueden incluir aquellos en los que el número de átomos de carbono que componen el R⁵, R⁶, R²³, R²⁴ y R²⁵ es de 0 a 13 debido a la facilidad de transferencia de los mismos. Más preferentemente, el compuesto hidroxil aromático es un compuesto hidroxil aromático en el que R⁵, R⁶, R²³, R²⁴ y R²⁵ son grupos que tienen de 0 a 9 átomos de carbono seleccionados entre un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado, grupo cicloalquilo, un grupo arilo opcionalmente sustituido, un grupo alcoxi lineal o ramificado, un grupo ariloxi opcionalmente sustituido y un grupo aralquilo opcionalmente sustituido.

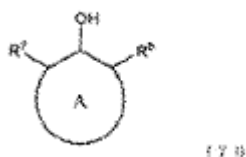
Además, el compuesto hidroxil aromático forma un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se usa en forma de un derivado de isocianato. Aunque más adelante en el presente documento se describirán detalles de un método para producir un derivado de isocianato a partir de un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a partir del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, este método implica obtener un compuesto hidroxil aromático obtenido a partir del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y un isocianato mediante la descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido. En consideración del esquema de reacción, el compuesto hidroxil aromático formado en ese momento es un compuesto hidroxil aromático contenido en la composición de hidroxil aromático utilizada cuando se produce el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Concretamente, un compuesto hidroxil aromático de fórmula (56), y preferiblemente fórmula (67), se produce como un subproducto junto con isocianato durante la descomposición térmica del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. En una de las presentes realizaciones, aunque dependiendo del caso particular, el compuesto hidroxil aromático e isocianato se separan por destilación siguiendo la etapa de descomposición térmica, y el compuesto hidroxil aromático separado puede reciclarse en forma de una composición de hidroxil aromático en la reacción entre la amina orgánica, derivado de ácido carbónico y compuesto hidroxil aromático. Por lo tanto, en consideración del proceso a través de la etapa de producción de isocianato, es necesario tomar en consideración la separabilidad del compuesto hidroxil aromático que sirve como material de partida del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y el isocianato formado a partir del éster del ácido carbámico N-sustituido. Aunque es difícil definir generalmente la separabilidad, se define en base al descubrimiento de que generalmente dos componentes que van a separarse puedan separarse adecuadamente por destilación industrialmente si los puntos de ebullición convencionales de los mismos están separados por 10 °C o más. Por lo tanto, esta definición se refiere a un valor que está limitado por los medios de separación conocidos actualmente, y no está destinada a servir como una base de la presente realización.

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

Por el contrario, los inventores de la presente invención descubrieron que, en el caso de un grupo enlazado al átomo en la posición α de un sustituyente de al menos una posición orto del compuesto hidroxil aromático es un sustituyente voluminoso, la tasa de formación de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido disminuye considerablemente. Más específicamente, esto se refiere a un compuesto hidroxil aromático en el que un sustituyente en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono terciario o cuaternario o átomo de nitrógeno terciario está enlazado a al menos una posición orto relativa a un grupo hidroxil del compuesto hidroxil aromático. La demostración de tal efecto por este compuesto hidroxil aromático tampoco se encontró en la técnica anterior. En lo sucesivo en este documento, a un compuesto hidroxil aromático para el cual la tasa de formación de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido es baja, se le hace referencia con frecuencia como un compuesto hidroxil aromático de baja actividad.

Por otra parte, como resultado de centrarse en el hecho de que la tasa de formación de éster del ácido carbámico N-sustituido difiere dependiendo del tipo de compuesto hidroxil aromático como se ha descrito anteriormente, los inventores de la presente invención concibieron y completaron un método de producción de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición de hidroxil aromático compuesta de una pluralidad de tipos de compuestos hidroxil aromáticos. Esta producción de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición de hidroxil aromático compuesta de una pluralidad de tipos de compuestos hidroxil aromáticos se describirá después.

La composición de hidroxil aromático compuesta de una pluralidad de tipos de compuestos hidroxil aromáticos se compone conteniendo un compuesto hidroxil aromático representado por la fórmula (56) y/o fórmula (67) mencionadas anteriormente (compuesto hidroxil aromático activo) junto con un compuesto hidroxil aromático de baja actividad representado por la siguiente fórmula (70):



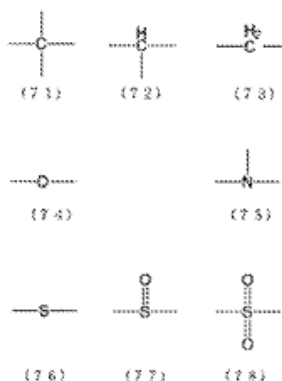
(en la que

- 5 el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R^7 y R^8 respectivamente e independientemente representan cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxí aromático es un número entero de 6 a 50, y
- 10 R^7 y R^8 pueden formar una estructura de anillo mediante enlace con A:
- (i) un átomo de hidrógeno,
 - (ii) un átomo de halógeno,
 - (iii) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno terciario (en concreto, un átomo de nitrógeno que no tiene ningún átomo de hidrógeno),
 - 15 (iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición α un átomo de carbono terciario o cuaternario (en concreto, un átomo de carbono que forma un enlace de -CH- o un átomo de carbono no enlazado a hidrógeno); en el caso en que R^7 y/o R^8 forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A, y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono primario o secundario (en concreto, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace de -CH₂-); en el caso de que el carbono en la posición α forme un doble enlace con un átomo en la posición β , el carbono en la posición α es carbono cuaternario; y se excluyen grupos en los que el carbono en la posición α forma un triple enlace con un átomo en la posición β , y
 - 20 (v) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y el número de carbonos es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo).

30 Además, aunque la expresión "átomo en la posición α " se usa en la explicación precedente de la fórmula (70) anterior, un "átomo en la posición α " se refiere a un átomo que compone los R^7 y R^8 que es adyacente a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están enlazados los grupos R^7 y R^8 .

35 Los ejemplos de sustituyentes que sustituyen un grupo aromático del compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula (70) anterior (excluyendo R^7 y R^8) pueden incluir grupos seleccionados entre un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alifático y un grupo aromático que están compuestos de un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo cíclico (tal como un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de conjunto de anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo de anillo hetero-reticulado o un grupo de anillo heterocíclico), un grupo enlazado de uno o más tipos de grupos seleccionados entre los grupos hidrocarburo acíclicos mencionados anteriormente y grupos hidrocarburo cíclicos, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están enlazados a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). Además, un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) como se ha descrito anteriormente está en un estado en el que los grupos mencionados anteriormente están enlazados mediante un enlace covalente con, por ejemplo, grupos representados por las siguientes fórmulas (71) a (78).

45



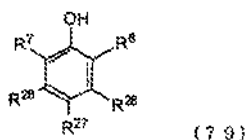
Entre estos sustituyentes, los ejemplos de sustituyentes que pueden utilizarse preferiblemente en la presente realización en consideración de menor susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias pueden incluir grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos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

En el caso de transferir una composición que contiene un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a alta temperatura o en el caso de hacer reaccionar una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxí aromático y obtener un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a alta temperatura, el sustituyente que sustituye el anillo A del compuesto hidroxí aromático (excluyendo R^7 y R^8) es preferiblemente un sustituyente inactivo en forma de un compuesto hidroxí aromático. Aquí, un sustituyente inactivo se refiere a un grupo en el que el sustituyente inactivo no contiene ningún hidrógeno activo como se ha descrito previamente (aunque puede tener un grupo hidroxí aromático).

Los ejemplos de tales sustituyentes que sustituyen el anillo A (excluyendo R^7 y R^8) pueden incluir un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (alquil éter y/o aril éter y/o aralquil éter sustituido y/o no sustituido); un grupo al que está enlazado un grupo seleccionado entre uno o más tipos de los grupos mencionados anteriormente; un grupo seleccionado entre grupos en los que un grupo seleccionado entre uno o más tipos de los grupos mencionados anteriormente se selecciona entre grupos compuestos de un grupo enlazado con un enlace de hidrocarburo saturado y/o un enlace de éter; y un grupo que es un átomo de halógeno y en el que el total del número de átomos de carbono que componen el anillo A y el número de átomos de carbono que componen todos los sustituyentes que sustituyen el anillo A es un número entero de 6 a 50.

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

Por otra parte, en consideración de uso industrial, es preferible un compuesto hidroxí aromático que es fácilmente adquirible y tiene un esqueleto de benceno del mismo. Los ejemplos preferibles de tal compuesto hidroxí aromático pueden incluir compuestos hidroxí aromáticos representados por la siguiente fórmula (79):



(en la que

R^7 y R^8 son los grupos definidos anteriormente,

R^{26} , R^{27} y R^{28} respectivamente e independientemente representan un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (alquil éter y/o aril éter y/o aralquil éter sustituido y/o no sustituido); un grupo al que está enlazado un grupo seleccionado entre uno o más tipos de los grupos anteriores; un grupo seleccionado entre grupos en los que uno o más tipos de los grupos anteriores está compuesto de un grupo enlazado con un enlace alifático saturado y/o un enlace de éter; un

átomo de halógeno; o un átomo de hidrógeno, y el número total de átomos de carbono que componen el R⁷, R⁸, R²⁶, R²⁷ y R²⁸ es un número entero de 0 a 44).

En la fórmula (79) anterior, R⁷ y R⁸ son preferiblemente grupos seleccionados independientemente entre los grupos indicados en (i) a (vi) más adelante:

- (i) un átomo de hidrógeno,
 (ii) un átomo de halógeno,
 (iii) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, el átomo de nitrógeno es un átomo de nitrógeno terciario (en concreto, un átomo de nitrógeno que no tiene ningún átomo de hidrógeno) y un grupo enlazado al átomo de nitrógeno en la posición α se selecciona respectivamente e independientemente entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo polioxialquilen alquil éter que tiene de 2 a 44 átomos y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono y un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores,
 (iv) un grupo arilo opcionalmente sustituido que tiene de 6 a 44 átomos de carbono que no contiene hidrógeno activo,
 (v) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición α un átomo de carbono terciario o cuaternario (en concreto, un átomo de carbono que forma un enlace de -CH- o un átomo de carbono no enlazado a hidrógeno); en el caso en que R⁷ y/o R⁸ forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A, y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono primario o secundario (en concreto, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace de -CH₂-); en el caso de que el carbono en la posición α forme un doble enlace con un átomo en la posición β , el carbono en la posición α es carbono cuaternario; y se excluyen grupos en los que el carbono en la posición α forma un triple enlace con un átomo en la posición β , y un grupo distinto de un átomo de hidrógeno que está enlazado al átomo de carbono en la posición α es respectivamente e independientemente un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo polioxialquilen alquil éter que tiene de 2 a 43 átomos y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, y un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores, y
 (vi) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno, el número de carbonos es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo, y el grupo enlazado al átomo de oxígeno en la posición α es un grupo respectivamente e independientemente seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo polioxialquilen alquil éter que tiene de 2 a 44 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, y un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores.

Por otra parte, R²⁶, R²⁷ y R²⁸ son preferiblemente grupos seleccionados independientemente entre los grupos indicados en (vii) a (xi) más adelante:

- (vii) un átomo de hidrógeno,
 (viii) un átomo de halógeno,
 (ix) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y tres grupos enlazados al átomo de carbono en la posición α se seleccionan respectivamente e independientemente entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 43 átomos de carbono, un grupo polioxialquilen alquil éter que tiene de 2 a 43 átomos y no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 43 átomos de carbono, un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores, y un átomo de hidrógeno,
 (x) un grupo arilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, en el que el grupo arilo está sustituido con un sustituyente, el grupo arilo puede estar sustituido con 1 a 5 de los sustituyentes indicados más adelante, y el sustituyente es un grupo seleccionado entre un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo que tiene de 1 a 38 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 4 a 38 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 38 átomos de carbono, un grupo polioxialquilen alquil éter que tiene de 2 a 38 carbonos que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 38 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 38 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 38 átomos de carbono y un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores, y
 (xi) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno, el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y el grupo enlazado al átomo de oxígeno en la posición α es un grupo seleccionado entre un grupo alquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 44 átomos de carbono, un grupo polioxialquilen alquil éter que tiene de 2 a 44 átomos de carbono que no tiene un grupo OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que tiene de 6 a 44 átomos de carbono,

un grupo aralquilo que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que tiene de 7 a 44 átomos de carbono, y un grupo al que están enlazados uno o más tipos de los grupos anteriores.

Además, aunque la expresión "átomo en la posición α " se usa en la explicación precedente de la fórmula (79) anterior, un "átomo en la posición α " se refiere a un átomo que compone el R⁷, R⁸, R²⁶, R²⁷ y R²⁸ que es adyacente a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que están enlazados los grupos R⁷, R⁸, R²⁶, R²⁷ y R²⁸.

Los ejemplos de tales grupos R²⁶, R²⁷ y R²⁸ pueden incluir grupos alquilo y/o grupos cicloalquilo y/o grupos cicloalquilo sustituidos con un grupo alquilo y/o grupos alquilo sustituidos con un grupo cicloalquilo, tal 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 dodecilo (incluyendo isómeros), un grupo octadecilo (incluyendo isómeros), grupo cicloalquilo, grupo ciclohexilo, grupo cicloheptilo, grupo ciclooctilo, grupo metilcicloalquilo (incluyendo isómeros), grupo etilcicloalquilo (incluyendo isómeros), grupo propilcicloalquilo (incluyendo isómeros), grupo butilcicloalquilo (incluyendo isómeros), grupo pentilcicloalquilo (incluyendo isómeros), grupo hexilcicloalquilo (incluyendo isómeros), grupo dimetilcicloalquilo (incluyendo isómeros), grupo dietilcicloalquilo (incluyendo isómeros) o grupo dibutilcicloalquilo (incluyendo isómeros); grupos alcoxi y/o grupos cicloalcoxi y/o grupos cicloalcoxi sustituidos con un grupo alquilo y/o grupos alcoxi sustituidos con un grupo cicloalcoxi, tal como un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propoxi (incluyendo isómeros), un grupo butiloxi (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), un grupo deciloxi (incluyendo isómeros), un grupo dodeciloxi (incluyendo isómeros), un grupo octadeciloxi (incluyendo isómeros), un grupo cicloalquilo, un grupo ciclohexiloxi, un grupo cicloheptiloxi, un grupo ciclooctiloxi, un grupo metilcicloalquilo (incluyendo isómeros), un grupo etilcicloalquilo (incluyendo isómeros), un grupo propilcicloalquilo (incluyendo isómeros), un grupo butilcicloalquilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilcicloalquilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilcicloalquilo (incluyendo isómeros), un grupo dimetilcicloalquilo (incluyendo isómeros), un grupo dietilcicloalquilo (incluyendo isómeros) o un grupo dibutilcicloalquilo (incluyendo isómeros); grupos arilo opcionalmente sustituidos, tales como un grupo fenilo, un grupo metilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo etilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo propilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo butilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo octilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo decilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo bifenilo (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dibutilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dipentilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo dihexilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo diheptilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo terfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo trietilfenilo (incluyendo isómeros), un grupo tripropilfenilo (incluyendo isómeros) o un grupo tributilfenilo (incluyendo isómeros); grupos ariloxi opcionalmente sustituidos, tales como un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo propilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo butilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo heptilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo octilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo nonilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo decilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dibutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dipentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dihexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo diheptilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo difenilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trietilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo tripropilfenoxi (incluyendo isómeros) o un grupo tributilfenoxi (incluyendo isómeros); grupos aralquilo, tales como un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpropilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilbutilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilpentilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilhexilo (incluyendo isómeros), un grupo fenilheptilo (incluyendo isómeros), un grupo feniloctilo (incluyendo isómeros) o un grupo fenilnonilo (incluyendo isómeros); y, grupos aralquiloxi, tales como un grupo fenilmetoxi, un grupo feniletoxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilpropiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilbutiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilpentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilhexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo fenilheptiloxi (incluyendo isómeros), un grupo feniloctiloxi (incluyendo isómeros) o un grupo fenilnoniloxi (incluyendo isómeros).

Los ejemplos preferibles de compuestos hidroxí aromáticos representados por la fórmula (70) anterior pueden incluir los compuestos listados más adelante, mientras que los ejemplos específicos de compuestos hidroxí aromáticos representados por la fórmula (79) anterior también se listan más adelante.

Más específicamente, los ejemplos de estos compuestos pueden incluir 2-isopropilfenol (incluyendo isómeros), 2-*terc*-butilfenol (incluyendo isómeros), 2-*terc*-pentilfenol (incluyendo isómeros), 2-*terc*-hexilfenol (incluyendo isómeros), 2-*terc*-heptilfenol (incluyendo isómeros), 2-*terc*-octilfenol (incluyendo isómeros), 2-*terc*-nonilfenol (incluyendo isómeros), 2-*terc*-decilfenol (incluyendo isómeros), 2-*terc*-dodecilfenol (incluyendo isómeros), 2-*terc*-octadecilfenol (incluyendo isómeros), 2-*sec*-propilfenol (incluyendo isómeros), 2-*sec*-butilfenol (incluyendo isómeros), 2-*sec*-pentilfenol

(dibutilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), (2-(dipentilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), (2-(dihexilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), (2-(diheptilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), (2-(terfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), (2-(trimetilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), (2-(trietilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), (2-(tripropilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), (2-(tributilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-fenil-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(metilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(etilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(propilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(butilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(pentilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(hexilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(heptilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(octilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(nonilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(decilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(bifenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(dimetilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(dietilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(dipropilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(dibutilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(dipentilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(dihexilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(diheptilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(terfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(trimetilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(trietilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(tripropilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), di(2-(tributilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-fenil-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(metilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(etilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(propilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(butilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(pentilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(hexilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(heptilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(octilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(nonilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(decilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(bifenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(dimetilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(dietilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(dipropilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(dibutilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(dipentilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(dihexilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(diheptilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(terfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(trimetilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(trietilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(tripropilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(2-(tributilfenil)-2-metilpropil) fenol (incluyendo isómeros), tri(dipropilamino) fenol (incluyendo isómeros), tri(dibutilamino) fenol (incluyendo isómeros), tri(dipentilamino) fenol (incluyendo isómeros), tri(dihexilamino) fenol (incluyendo isómeros), tri(diheptilamino) fenol (incluyendo isómeros), tri(dioctilamino) fenol (incluyendo isómeros), tri(dinonilamino) fenol (incluyendo isómeros), tri(didecilamino) fenol (incluyendo isómeros), tri(didodecilamino) fenol (incluyendo isómeros) y tri(dioctadecilamino) fenol (incluyendo isómeros).

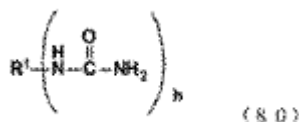
Los ejemplos más preferibles de los compuestos hidroxil aromáticos listados anteriormente pueden incluir aquellos en los que el número de átomos de carbono que componen el R^7 , R^8 , R^{26} , R^{27} y R^{28} es de 0 a 13 debido a la facilidad de transferencia de los mismos. Más preferentemente, el compuesto hidroxil aromático es un compuesto hidroxil aromático en el que R^7 , R^8 , R^{26} , R^{27} y R^{28} son grupos que tienen de 0 a 9 átomos de carbono seleccionados entre un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo opcionalmente sustituido, un grupo alcoxi lineal o ramificado, un grupo arilo opcionalmente sustituido y un grupo aralquilo opcionalmente sustituido.

Además, el compuesto hidroxil aromático forma un éster del ácido carbámico N-sustituido, y el éster de ácido carbámico N-sustituido se usa en forma de un precursor de isocianato. Aunque más adelante en el presente documento se describirán detalles de un método para producir un derivado de isocianato a partir de un éster del ácido carbámico N-sustituido a partir del éster del ácido carbámico N-sustituido, este método implica obtener un compuesto hidroxil aromático obtenido a partir del éster del ácido carbámico N-sustituido y un isocianato mediante la descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido. En consideración de la fórmula de reacción, el compuesto hidroxil aromático formado en ese momento es un compuesto hidroxil aromático contenido en la composición de hidroxil aromático utilizada cuando se produce el éster del ácido carbámico N-sustituido. Concretamente, un compuesto hidroxil aromático de fórmula (70), y preferiblemente fórmula (79), se produce como un subproducto junto con isocianato durante la descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido. En una de las presentes realizaciones, aunque dependiendo del caso particular, el compuesto hidroxil aromático e isocianato se separan por destilación siguiendo la etapa de descomposición térmica, y el compuesto hidroxil aromático separado puede reciclarse en forma de una composición de hidroxil aromático en la reacción entre la amina orgánica, derivado de ácido carbónico y compuesto hidroxil aromático. Por lo tanto, en consideración del proceso a través de la etapa de producción de isocianato, es necesario tomar en consideración la separabilidad del compuesto hidroxil aromático que sirve como material de partida del éster del ácido carbámico N-sustituido y el isocianato formado a partir del éster del ácido carbámico N-sustituido. Aunque es difícil definir generalmente la separabilidad, se define en base al descubrimiento de que generalmente dos componentes que van a separarse puedan separarse adecuadamente por destilación industrialmente si los puntos de ebullición convencionales de los mismos están separados por 10 °C o más. Por lo tanto, esta definición se refiere a un valor que está limitado por los medios de separación conocidos actualmente, y no está destinada a servir como una base de la presente realización.

<Compuesto que tiene Grupo Ureido>

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

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

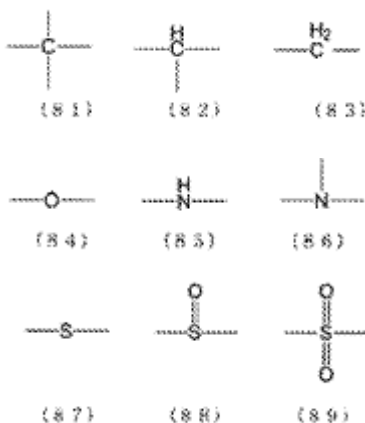


(en la que

R¹ representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con un número h de grupos ureido, y
h representa un número entero de 1 a 10).

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

En la fórmula (80) anterior, R¹ representa un grupo alifático, un grupo aromático o un grupo enlazado a un grupo alifático y un grupo aromático, y representa un grupo compuesto de un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo cíclico (tal como un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de conjunto de anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo de anillo hetero-reticulado o grupo de anillo heterocíclico), un grupo enlazado de uno o más tipos de grupos seleccionados entre los grupos hidrocarburo acíclicos mencionados anteriormente y grupos hidrocarburo cíclicos, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están enlazados a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). Además, un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) como se ha descrito anteriormente está en un estado en el que los grupos mencionados anteriormente están enlazados mediante un enlace covalente con, por ejemplo, grupos representados por las siguientes fórmulas (81) a (89).



Entre estos grupos R¹, los grupos R¹ que pueden usarse preferiblemente en la presente realización en consideración de menos susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias contienen grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos seleccionados entre grupos alifáticos y grupos aromáticos (tales como un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de conjunto de anillo o un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral) y grupos enlazados a al menos un tipo de grupo seleccionado entre este grupo (grupos mutuamente sustituidos), que tiene de 1 a 85 átomos de carbono. En consideración de la fluidez y similares, el número de átomos de carbono es preferiblemente de 1 a 70 y más preferiblemente de 1 a 13.

Los ejemplos preferibles de compuestos que tienen un grupo ureido compuesto por el grupo R¹ pueden incluir:

1) monoureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R¹ tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R¹ está sustituido con un grupo ureido, y h es 1,

2) poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R¹ tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R¹ está sustituido con un grupo ureido, y h es 2 o más, y

3) poliureas orgánicas alifáticas N-sustituidas en las que el grupo R¹ es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono opcionalmente sustituido con un grupo aromático, y h es 2 o 3.

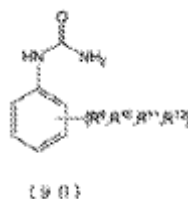
En las descripciones anteriores, los compuestos en los que los átomos enlazados a un grupo ureido (principalmente átomos de carbono) que están contenidos en un anillo aromático se indican como ureas orgánicas aromáticas N-sustituidas, mientras que los casos de enlace a átomos no en un anillo aromático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

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

Lo siguiente indica ejemplos preferibles de compuestos que tienen un grupo ureido.

1) Monoureas Orgánicas N-aromáticas

monoureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R¹ es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y que contiene uno o más tipos de un anillo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R¹ está sustituido con un grupo ureido y h es 1, preferiblemente ureas orgánicas N-aromáticas en las que el grupo R¹ es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono y h es 1, y más preferiblemente en consideración de la fluidez y similares, monoureas orgánicas N-aromáticas en las que el grupo R¹ tiene de 6 a 13 átomos de carbono y h es 1, que son monoureas orgánicas N-aromáticas representadas por la siguiente fórmula (90).



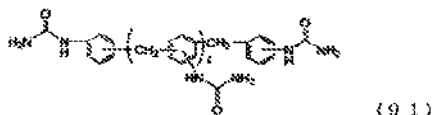
Al menos una posición de la posición orto y/o posición para del grupo ureido de la monourea orgánica aromática N-sustituida representada por la fórmula (90) no está sustituida, los grupos R⁹ a R¹² representan respectivamente un grupo sustituido en una posición arbitraria que conserva las propiedades aromáticas del anillo, los grupos R⁹ a R¹² pueden sustituir respectivamente e independientemente el anillo aromático, los grupos R⁹ a R¹² pueden enlazarse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático, y representan átomos de hidrógeno, grupos seleccionados entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo y un grupo arilo que tiene un grupo hidroxilo, o grupos seleccionados entre grupos en los que un grupo seleccionado entre el grupo mencionado anteriormente está compuesto de grupos enlazados mediante enlaces alifáticos saturados y/o enlaces de éter, el número de átomos de carbono de los grupos R⁹ a R¹² es un número entero dentro de un intervalo de 0 a 7, y el número total de átomos de carbono que componen una monourea orgánica N-aromática representada por la fórmula (90) es de 6 a 13.

Los ejemplos preferibles de monoureas orgánicas N-aromáticas representadas por la fórmula (90) pueden incluir aquellas en las que los grupos R⁹ a R¹² son átomos de hidrógeno o grupos seleccionados entre grupos alquilo, tales como un grupo metilo o un grupo etilo, y los ejemplos de tales monoureas orgánicas N-aromáticas pueden incluir N-fenil urea, N-(metilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(dimetilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(dietilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-(dipropilfenil) urea (incluyendo isómeros), N-naftil urea (incluyendo isómeros), N-(metilnaftil) urea (incluyendo isómeros), N-dimetilnaftil urea (incluyendo isómeros) y N-trimetilnaftil urea (incluyendo isómeros). Entre estas, es más preferible N-fenil urea.

2) Poliureas Orgánicas Aromáticas N-sustituidas

poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R¹ es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono que contienen uno o más anillos aromáticos opcionalmente sustituidos con un grupo alifático y/o un grupo aromático, un grupo aromático en el grupo R¹ está sustituido con un grupo ureido y h es 2 o más, preferiblemente poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas en las que el grupo R¹ es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono y h es 2 o más, y más preferiblemente en consideración de la fluidez y similares, poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas

en las que el grupo R¹ contiene uno o más tipos de anillos aromáticos, el anillo aromático tiene de 6 a 13 átomos de carbono y puede estar adicionalmente sustituido con un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, y h es 2 o más. Los ejemplos de tales poliureas orgánicas aromáticas N-sustituidas pueden incluir N,N'-fenilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-metilfenilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-metilendifenilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-mesitilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-bifenilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-difenilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-propilendifenilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-oxi-difenilén diurea (incluyendo isómeros), bis(ureidofenoxietano) (incluyendo isómeros), N,N'-xileno diurea (incluyendo isómeros), N,N'-metoxifenil diurea (incluyendo isómeros), N,N'-etoxifenil diurea (incluyendo isómeros), N,N'-naftaleno diurea (incluyendo isómeros), N,N'-metilnaftaleno diurea (incluyendo isómeros) y polimetilén polifenil poliureas representadas por la siguiente fórmula (91):



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

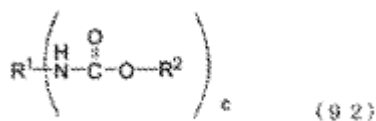
3) Poliureas Orgánicas Alifáticas N-sustituidas

poliureas orgánicas alifáticas N-sustituidas en las que el grupo R¹ de un compuesto que tiene el grupo ureido representado por la fórmula (80) es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y puede estar sustituido con un grupo aromático, y h es 2 o 3. Son poliureas orgánicas N-alifáticas más preferibles poliureas N-orgánicas en las que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Más preferentemente, la poliurea orgánica aromática N-sustituida es una poliurea orgánica aromática N-sustituida en la que el grupo R¹ es un grupo alifático que es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 1 a 70 átomos de carbono, y h es 2 o 3. En consideración de la fluidez y similares durante una producción industrial de gran volumen, la poliurea orgánica alifática N-sustituida es lo más preferiblemente una poliurea orgánica N-alifática en la que el grupo R¹ es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 6 a 13 átomos de carbono y está compuesto de átomos de carbono y átomos de hidrógeno. Concretamente, esto se refiere al caso en el que el grupo R¹ es un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo o un grupo compuesto de los grupos alquilo y grupos cicloalquilo. Los ejemplos de estos pueden incluir diureas N-alifáticas, tales como N,N'-etilen diurea, N,N'-propilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-butilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-pentametilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-hexametilén diurea (incluyendo isómeros) o N,N'-decametilén diurea (incluyendo isómeros); triureas N-alifáticas, tales como N,N',N''-hexametilén triurea (incluyendo isómeros), N,N',N''-nonametilén triurea (incluyendo isómeros) o N,N',N''-decametilén triurea (incluyendo isómeros); y, poliureas N-alicíclicas sustituidas, tales como N,N'-ciclobutilén diurea (incluyendo isómeros), N,N'-metilendiciclohexil diurea (incluyendo isómeros), 3-ureidometil-3,5,5-trimetilciclohexil urea (forma cis y/o trans) o metilénobis(ciclohexilurea) (incluyendo isómeros).

<Éster del Ácido Carbámico N-sustituido>

-O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido son compuestos que se producen a partir de una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxilado de acuerdo con el método de producción de la presente realización. Además, el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido también es un compuesto contenido en una composición para transferir y almacenar el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Además, el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y el -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido pueden simplemente referenciarse colectivamente como éster del ácido carbámico N-sustituido.

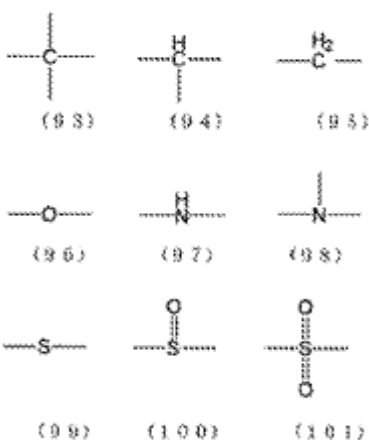
En primer lugar, se da una explicación del -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido. El -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido es el -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido en caso de usar un alcohol como un compuesto hidroxilado que compone una composición de hidroxilado en la reacción entre la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxilado, y se representa mediante la siguiente fórmula (92):



(en la que

- 5 R¹ representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con una diversidad de grupos amino,
 R² representa un grupo obtenido a partir de un alcohol que es un residuo en el que se ha retirado un solo grupo hidroxil enlazado a un átomo de carbono saturado del alcohol desde el alcohol,
 10 c representa un número entero igual o superior a 1 e igual o inferior o igual o superior a 1 e igual o inferior a h, y a y h son iguales a como se ha definido previamente).

15 En la fórmula (92) anterior, R¹ representa un grupo alifático, un grupo aromático o un grupo enlazado a un grupo alifático y un grupo aromático, y representa un grupo compuesto de un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo cíclico (tal como un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de conjunto de anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo de anillo hetero-reticulado o grupo de anillo heterocíclico), un grupo enlazado de uno o más tipos de grupos seleccionados entre los grupos hidrocarburo acíclicos mencionados anteriormente y grupos hidrocarburo cíclicos, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están enlazados a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). Además, un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) como se ha descrito anteriormente está en un estado en el que los grupos mencionados anteriormente están enlazados mediante un enlace covalente con, por ejemplo, grupos representados por las siguientes fórmulas (93) a (101).



25 Entre estos grupos R¹, los grupos R¹ que pueden usarse preferiblemente en la presente realización en consideración de menos susceptibilidad a la aparición de reacciones secundarias contienen grupos seleccionados entre el grupo que consiste en grupos hidrocarburo acíclicos y grupos hidrocarburo cíclicos seleccionados entre grupos alifáticos y grupos aromáticos (tales como un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de conjunto de anillo o un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral) y grupos enlazados a al menos un tipo de grupo seleccionado entre este grupo (grupos mutuamente sustituidos), que tiene de 1 a 85 átomos de carbono. En consideración de la fluidez y similares, el número de átomos de carbono es preferiblemente de 1 a 70 y más preferiblemente de 1 a 13.

Los ejemplos preferibles de ésteres del ácido carbámico N-sustituidos compuestos por el grupo R¹ pueden incluir:

- 30 1) ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo R¹ tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillo aromático, y c es 1,
 2) ésteres del ácido policarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo R¹ tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillo aromático, y c es 2 o más, y
 35 3) ésteres del ácido policarbámico orgánico N-alifático en los que el grupo R¹ es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono, y c es 2 o 3.

Por otra parte, son grupos alifáticos más preferibles, grupos hidrocarburo lineales, grupos hidrocarburo cíclicos y un grupo enlazado mediante al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y grupos hidrocarburo cíclicos (denominados, por ejemplo, grupos hidrocarburo cíclicos sustituidos con un grupo hidrocarburo lineal o grupos hidrocarburo lineales sustituidos con un grupo hidrocarburo cíclico) que tienen de 6 a 70 átomos de carbono.

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

Lo siguiente indica ejemplos específicos de $-O-R^2$ ésteres del ácido carbámico N-sustituidos.

1) Éster del Ácido Monocarbámico Orgánico N-aromático

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



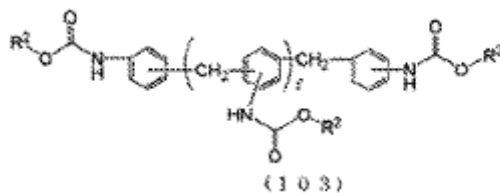
El grupo R^1 de ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representado por la fórmula (102) anterior el mismo que se ha definido previamente. Los grupos R^9 a R^{12} representan respectivamente un grupo sustituido en una posición arbitraria que conserva las propiedades aromáticas del anillo, los grupos R^9 a R^{12} pueden sustituir respectivamente e independientemente el anillo aromático, los grupos R^9 a R^{12} pueden enlazarse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático, y representan átomos de hidrógeno, grupos seleccionados entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo y un grupo arilo que tiene un grupo hidroxilo, o grupos seleccionados entre grupos en los que un grupo seleccionado entre el grupo mencionado anteriormente está compuesto de grupos enlazados mediante enlaces alifáticos saturados y/o enlaces de éter, y el número total de átomos de carbono que componen un éster del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representado por la fórmula (102) es de 7 a 63.

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

2) Éster del Ácido Policarbámico Orgánico N-aromático

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

Además, los ejemplos pueden incluir $-O-R^2$ ésteres del ácido polimetileno polifenil policarbámico representados por la siguiente fórmula (103):



(en la que

- 5 R^2 es igual a como se ha definido previamente, y
f representa un número entero de 0 a 6).

3) -O- R^2 Éster del Ácido Policarbámico Orgánico N-alifático

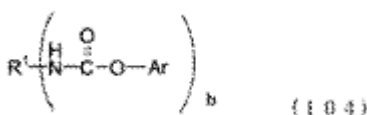
10 -O- R^2 éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático en los que el grupo R^1 de un éster de ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (92) es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y c es 2 o 3. Los -O- R^2 ésteres ácido carbámico N-sustituido son -O- R^2 ésteres de ácido carbámico N-sustituido en los que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Más preferentemente, el éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático es un éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el grupo R^1 es un grupo alifático que es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 1 a 70 átomos de carbono, y c es 2 o 3. En consideración de la fluidez y similares durante una producción industrial de gran volumen, el éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático es lo más preferiblemente un éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el grupo R^1 es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 6 a 13 átomos de carbono y está compuesto de átomos de carbono y átomos de hidrógeno. Concretamente, esto se refiere al caso en el que el grupo R^1 es un grupo alquilo lineal y/o ramificado, un grupo cicloalquilo o un grupo compuesto de los grupos alquilo y grupos cicloalquilo.

30 Aunque todos los ejemplos de -O- R^2 ésteres del ácido carbámico N-sustituido no pueden listarse puesto que la estructura específica de los mismos se determina mediante el tipo de amina orgánica utilizada y el tipo de alcohol que compone la composición de hidroxí, los ejemplos incluyen N,N'-hexanodiiil-di(éster metílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(éster etílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(éster propílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(éster butílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(pentil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(hexil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(heptil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(octil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(nonil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(decil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(dodecil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodiiil-di(octadecil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(éster metílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(éster etílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(éster propílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(éster butílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(éster pentílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(éster hexílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(éster heptílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(éster octílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(éster nonílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(éster decílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(octadecil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodifenileno-di(octadecil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), éster metílico del ácido 3-(metiloxycarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), éster etílico del ácido 3-(etoxycarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), éster propílico del ácido 3-(propiloxycarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), éster butílico del ácido 3-(butiloxycarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), éster pentílico del ácido 3-(pentiloxycarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), éster hexílico del ácido 3-(hexiloxycarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), éster heptílico del ácido 3-(heptiloxycarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), éster octílico del ácido 3-(octiloxycarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), éster nonílico del ácido 3-(noniloxycarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), éster decílico del ácido 3-(deciloxycarbonilamino-metil)-3,5,5-

5 trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), dodecil éster del ácido 3-(dodeciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), octadecil éster del ácido 3-(octadeciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), tolueno-di(éster metílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(éster etílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(éster propílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(éster butílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(pentil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(hexil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(heptil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(octil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(nonil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(decil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(dodecil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), tolueno-di(octadecil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(éster metílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(éster etílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(éster propílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(éster butílico del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(pentil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(hexil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(heptil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(octil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(nonil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(decil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(dodecil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilenodicyclohexil-di(octadecil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), éster metílico del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), éster etílico del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), propil éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), butil éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), pentil éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), hexil éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), heptil éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), octil éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), nonil éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), decil éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), dodecil éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), octadecil éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), éster metílico del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), éster etílico del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), propil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), butil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), pentil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), hexil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), heptil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), octil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), nonil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), decil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), dodecil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros) y octadecil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros).

35 A continuación, se da una explicación del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de acuerdo con la composición de la presente invención. El O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido es el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido en caso de usar un compuesto hidroxil aromático como un compuesto hidroxil que compone una composición de hidroxil en la reacción entre una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxil, y se representa por la siguiente fórmula (104):

40



(en la que

45 Ar representa un grupo obtenido a partir de un compuesto hidroxil aromático que es un residuo en el que se ha retirado un solo grupo hidroxil enlazado a un anillo aromático del compuesto hidroxil aromático desde el compuesto hidroxil aromático, y

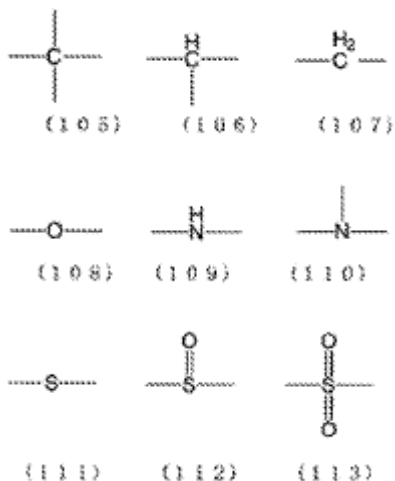
el grupo R¹ se selecciona entre:

- 50 1) el grupo R¹ tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico", y b es 1,
 2) el grupo R¹ tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico", y b es 2 o más, y
 3) el grupo R¹ es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y b es 2 o 3.

55 En la fórmula (104) anterior, R¹ representa un grupo alifático o un grupo aromático, un grupo compuesto de un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo cíclico (tal como un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico reticulado, un grupo espirohidrocarburo, un grupo hidrocarburo de conjunto de anillo, un grupo hidrocarburo cíclico que tiene una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo de anillo heteroreticulado o un grupo heterocíclico), un grupo enlazado de uno o más tipos de grupos seleccionados entre los grupos hidrocarburo acíclicos mencionados anteriormente y grupos hidrocarburo cíclicos, y grupos en los que los grupos mencionados anteriormente están enlazados a través de un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). Además, un

60

enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) como se ha descrito anteriormente está en un estado en el que los grupos mencionados anteriormente están enlazados mediante un enlace covalente con, por ejemplo, grupos representados por las siguientes fórmulas (105) a (113).



5

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

15

Como se ha explicado previamente, los -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido compuestos por el grupo R^1 incluyen:

20

1) ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo R^1 tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico", y b es 1,

25

2) ésteres del ácido policarbámico orgánico N-aromático en el que el grupo R^1 tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico", y b es 2 o más, y

30

3) ésteres del ácido policarbámico orgánico N-alifático en los que el grupo R^1 es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono, y b es 2 o 3. Los grupos alifáticos más preferibles son grupos hidrocarburo lineales, grupos hidrocarburo cíclicos y al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y grupos hidrocarburo cíclicos (que hacen referencia a, por ejemplo, grupos hidrocarburo cíclicos sustituidos con un grupo hidrocarburo lineal o grupos hidrocarburo lineales sustituidos con un grupo hidrocarburo cíclico) que tienen de 6 a 70 átomos de carbono.

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

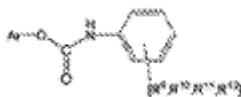
35

Lo siguiente indica ejemplos específicos de ésteres del ácido carbámico N-sustituidos.

40 1) Éster del Ácido Monocarbámico Orgánico N-aromático

éster del ácido monocarbámico orgánico N-aromático en el que el grupo R^1 es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos y b es 1, preferiblemente ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo R^1 es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono y que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico" y b es 1, y más preferiblemente en consideración de la fluidez y similares, ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático en los que el grupo R^1 tiene de 6 a 13 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico" y b es 1, que son ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representado por la siguiente fórmula (114).

50



(114)

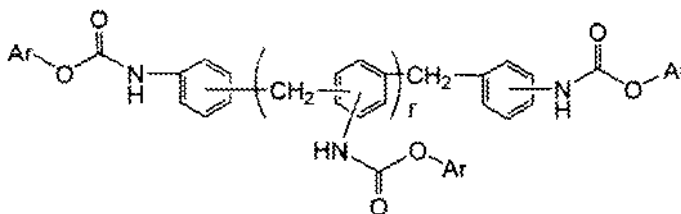
El grupo R¹ de ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representado por la fórmula (114) anterior el mismo que se ha definido previamente. Los grupos R⁹ a R¹² representan respectivamente un grupo sustituido en una posición arbitraria que conserva las propiedades aromáticas del anillo, los grupos R⁹ a R¹² pueden sustituir respectivamente e independientemente el anillo aromático, los grupos R⁹ a R¹² pueden enlazarse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático, y representan átomos de hidrógeno, grupos seleccionados entre el grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo y un grupo arilo que tiene un grupo hidroxilo, o grupos seleccionados entre grupos en los que un grupo seleccionado entre el grupo mencionado anteriormente está compuesto de grupos enlazados mediante enlaces alifáticos saturados y/o enlaces de éter, y el número total de átomos de carbono que componen un éster del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representado por la fórmula (114) es de 7 a 63.

Los ejemplos preferibles de -O-Ar ésteres del ácido monocarbámico orgánico N-aromático representados por la fórmula (114) pueden incluir aquellos en los que los grupos R⁹ a R¹² son átomos de hidrógeno o grupos seleccionados entre grupos alquilo, tales como un grupo metilo o un grupo etilo.

2) Éster del Ácido Policarbámico Orgánico N-aromático

-O-Ar éster del ácido policarbámico orgánico N-aromático en el que el grupo R¹ es un grupo que tiene de 6 a 85 átomos de carbono que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico" y b es 2 o más, preferiblemente -O-Ar éster del ácido policarbámico orgánico N-aromático en el que el grupo R¹ es un grupo que tiene de 6 a 70 átomos de carbono que contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico" y b es 2 o más, y más preferiblemente en consideración de la fluidez y similares, -O-Ar éster del ácido policarbámico orgánico N-aromático en el que el grupo R¹ contiene uno o más tipos de anillos aromáticos "sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico", el anillo aromático tiene de 6 a 13 átomos de carbono y puede estar adicionalmente sustituido con un grupo alquilo, grupo arilo o grupo aralquilo, y b es 2 o más.

Además, los ejemplos pueden incluir -O-Ar ésteres del ácido polimetileno polifenil policarbámico representado por la siguiente fórmula (115):



(115)

(en la que

Ar es igual a como se ha definido previamente, y f representa un número entero de 0 a 6).

3) -O-Ar Éster del Ácido Policarbámico Orgánico N-alifático

-O-Ar éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el grupo R¹ de una amina orgánica representada por la fórmula (29) es un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y b es 2 o 3. Los ejemplos más preferibles de -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido son -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido en los que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo lineales y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Más preferentemente, el éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático es un éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el grupo R¹ es un grupo alifático que es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 1 a 70 átomos de carbono, y b es 2 o 3. En consideración de la fluidez y similares durante una producción industrial de gran volumen, el éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático es lo más preferiblemente un éster del ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que el grupo R¹ es un grupo hidrocarburo acíclico, un grupo hidrocarburo

cíclico o un grupo al que está enlazado al menos un tipo de grupo seleccionado entre los grupos hidrocarburo acíclicos y los grupos hidrocarburo cíclicos (tales como un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo acíclico o un grupo hidrocarburo acíclico sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) que tiene de 6 a 13 átomos de carbono y está compuesto de átomos de carbono y átomos de hidrógeno. Concretamente, esto se refiere al caso en el que el grupo R¹ es un grupo alquilo lineal y/o ramificado, un grupo cicloalquilo o un grupo compuesto de los grupos alquilo y grupos cicloalquilo.

Aunque todos los ejemplos de -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido no pueden listarse puesto que la estructura específica de los mismos se determina por el tipo de amina orgánica utilizada y el tipo de compuesto hidroxil aromático que compone la composición de hidroxil, los ejemplos pueden incluir N,N'-hexanodil-di(fenil éster del ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(metilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(etilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(propilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(butilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(pentilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(hexilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(heptilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(octilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(nonilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(decilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(dodecilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-di(octadecilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(dimetilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(dietilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(dipropilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(dibutilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(dipentilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(dihexilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(diheptilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(dioctilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(dinonilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(didecilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(didodecilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-hexanodil-bis(dioctadecilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(fenil éster del ácido carbámico) (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(metilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(etilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(propilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(butilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(pentilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(hexilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(heptilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(octilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(nonilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(decilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(dodecilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-di(octadecilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(dimetilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(dietilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(dipropilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(dibutilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(dipentilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(dihexilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(diheptilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(dioctilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(dinonilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(didecilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), N,N'-metilnodifenileno-bis(didodecilfenil) éster del ácido carbámico (incluyendo isómeros), fenilo éster del ácido 3-(fenoxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, (metilfenil) éster del ácido 3-((metilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (etilfenil) éster del ácido 3-((etilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (propilfenil) éster del ácido 3-((propilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (butilfenil) éster del ácido 3-((butilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (pentilfenil) éster del ácido 3-((pentilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (hexilfenil) éster del ácido 3-((hexilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (heptilfenil) éster del ácido 3-((heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (octilfenil) éster del ácido 3-((octilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (nonilfenil) éster del ácido 3-((nonilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (decilfenil) éster del ácido 3-((decilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (dodecilfenil) éster del ácido 3-((dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (octadecilfenil) éster del ácido 3-((octadecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (dimetilfenil) éster del ácido 3-((dimetilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (dietilfenil) éster del ácido 3-((dietilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (dipropilfenil) éster del ácido 3-((dipropilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (dibutilfenil) éster del ácido 3-((dibutilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico (incluyendo isómeros), (dipentilfenil) éster del ácido 3-((dipentilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-

(incluyendo isómeros), (dimetilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (dietilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (dipropilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (dibutilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (dipentilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (dihexilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (diheptilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (dioctilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (dinonilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (didecilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (didodecilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (didecilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), (dioctadecilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico (incluyendo isómeros), fenil éster del ácido N-dimetilfenil carbámico, (metilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (etilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (propilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (butilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (pentilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (hexilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (heptilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (octilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (nonilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (decilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (dodecilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (octadecilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (dimetilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (dietilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (dipropilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (dibutilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (dipentilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (dihexilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (diheptilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (dioctilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (dinonilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (didecilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros), (didodecilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros) y (dioctadecilfenil) éster del ácido N-dimetilfenil carbámico (incluyendo isómeros).

<Composición para Transferir y Almacenar -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido>

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

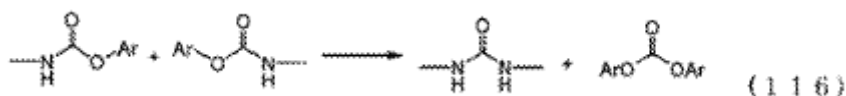
En general, los -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido forman fácilmente enlaces de hidrógeno entre moléculas de los mismos mediante grupos éster que componen el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Por este motivo, existen muchos casos en los que los -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido tienen altos puntos de fusión. En el caso de transferir dicho -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, la transferencia se realiza mediante, por ejemplo, machacando un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido sólido o conformación, tal como formando gránulos. Como alternativa, también se emplean métodos en los que un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se calienta a una temperatura superior a la del punto de fusión del mismo para transferir el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma de un líquido.

En el caso de transferir un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que haya sido sometido a un proceso de conformación, existen casos en los que esto provoca la obstrucción de la línea de transferencia puesto que existe una variación considerable en la forma del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Por consiguiente, existen muchos casos en los que se requieren aparatos complicados para transferir establemente una cantidad fija de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido o se requiere una etapa para alinear ajustar la forma del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido dentro de un determinado intervalo.

Por otro lado, en el caso de transferir un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma de un líquido, es necesario calentar el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a una temperatura superior a la del punto de fusión del mismo en consideración de prevenir la obstrucción durante la transferencia. En el caso de mantener un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a tales temperaturas altas, habitualmente hay casos en los que el isocianato puede formarse en sitios indeseados debido a la aparición de una reacción de descomposición térmica del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido o la aparición de una reacción de desnaturalización térmica del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. En particular, puesto que los -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido tienen una temperatura de descomposición térmica más baja que los -O-R² ésteres del ácido carbámico N-sustituido, se forman fácilmente grupos isocianato mediante descomposición térmica de estos -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido.

La composición de la presente realización demuestra el efecto de ser capaz de mantener la estabilidad de un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido inhibiendo la desnaturalización térmica del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición durante la transferencia o almacenamiento de la composición. Aunque se demuestra que el mecanismo mediante el cual el efecto de inhibir de desnaturalización térmica de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido no está claro, los inventores de la presente invención supusieron que, como resultado de que el compuesto hidroxí aromático que compone la composición que forma hidrógeno se enlaza con enlaces de uretano (-NHCO-O-) del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, se forma un estado en el que los enlaces de uretano tienen dificultad

para aproximarse entre sí, haciendo de este modo difícil que suceda una reacción que forma grupos ureileno como en, por ejemplo, la siguiente fórmula (116).



La composición para transferir y almacenar puede usarse preferiblemente en la producción de isocianato en particular. Más específicamente, este método incluye producir isocianato transfiriendo la composición para transferir y almacenar a un reactor de descomposición térmica y sometiendo el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido contenido en la composición a una reacción de descomposición térmica.

En la composición para transferir y almacenar la presente realización, el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido contenido en la composición es preferiblemente un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido haciendo reaccionar una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico (que va a explicarse en detalle más adelante en el presente documento) y una composición de hidroxí aromático.

En general, en caso de que la composición para transferir y almacenar contenga urea, un compuesto que tiene un grupo ureido (-NHCONH₂), un biurete o un compuesto que tiene un extremo de biurete (-NHCONHCONH₂) (y particularmente un compuesto obtenido a partir de una amina orgánica que se forma en una reacción entre una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxí aromático en el caso donde el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido es un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido haciendo reaccionar la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí aromático) (de debe denominarse como "compuestos que contienen N"), existen muchos casos en los que ellos reaccionan con isocianato formado durante la descomposición térmica del éster de ácido carbámico N-sustituido, dando como resultado polímeros que se adhieren a, o se solidifican en el reactor puesto que estos compuestos tienen hidrógenos activos. Además, también existen casos en los que estos compuestos que contienen N forman productos de descomposición térmica, tales como amoníaco y ácido isocianico debido a la descomposición térmica de estos compuestos en sí mismos, dando como resultado de este modo la formación de polímeros inactivos debido a la reacción con isocianato.

Sin embargo, los inventores de la presente invención descubrieron que una composición que contiene una cantidad específica de compuesto que contiene N contribuye a la inhibición de las reacciones de desnaturalización de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido durante la transferencia y almacenamiento de la composición. Por otra parte, los inventores de la presente invención también descubrieron que esta composición tiene el efecto de potenciar el rendimiento de isocianato cuando se produce isocianato usando la composición. Tal efecto era hasta ahora desconocido y es sorprendente. Aunque el mecanismo mediante el cual se demuestra este efecto no es claro, los inventores de la presente invención han supuesto que, durante la transferencia y almacenamiento de la composición, los compuestos que contienen N atrapan cantidades mínimas de agua y oxígeno presentes, inhibiendo de este modo la desnaturalización de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Además, los inventores de la presente invención también han supuesto que, durante la producción de isocianato usando la composición, el compuesto que contiene N funciona como un catalizador de descomposición térmica de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido.

Por lo tanto, la composición para transferir y almacenar es preferiblemente una composición en la que el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido es un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido producido a partir de la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí aromático, y la composición para transferir y almacenar contiene al menos un tipo de urea y/o éster del ácido carbámico y/o biurete y/o compuesto que tiene un grupo biurete terminal (-NH-(C=O)-NH-(C=O)-NH₂) obtenido a partir de una amina orgánica que se forma en una reacción entre la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí aromático.

Los componentes que componen la composición de la presente realización así como las proporciones de materiales compuestos de cada componente son como se indica más adelante.

En la composición para transferir y almacenar, la proporción del número de moléculas (B) de un compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático con respecto al número de grupos éster (A) que componen el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición para transferir y almacenar está dentro de un intervalo de 1 a 100. En el caso de asumir un mecanismo como el descrito anteriormente, aunque B está preferiblemente en un gran exceso con respecto a A puestos que las concentraciones de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y compuestos que contienen N contenidos en la composición son preferiblemente tan bajas como sea posible, por otro lado, si se usa una cantidad demasiado excesiva de composición de hidroxí aromático, la eficacia de transferencia del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido puede disminuir o el tanque de almacenamiento usado durante el almacenamiento se vuelve excesivamente grande. Además, cuando se produce isocianato usando la composición para transferir y almacenar (que va a describirse más adelante), puede suceder fácilmente una reacción inversa entre el compuesto hidroxí aromático presente en gran exceso y el isocianato formado, o puede disminuir la eficacia de formación de isocianato. En consideración de los puntos anteriores, la proporción de B con respecto a A es más preferiblemente de 2 a 50 e incluso más preferiblemente de 3 a 20. El compuesto hidroxí

aromático que compone la composición de hidroxil aromático preferiblemente contenido en la composición es un compuesto hidroxil aromático representado por la fórmula (46), (55), (56), (67), (70) o (79) mencionada anteriormente.

El compuesto que contiene N es urea ($H_2N-C(=O)-NH_2$), éster del ácido carbámico, biurete ($H_2N-C(=O)-NH-C(=O)-NH_2$) o un compuesto que tiene un grupo biurete terminal ($-NH-(C=O)-NH-(C=O)-NH_2$) obtenido a partir de una amina orgánica que se forma en una reacción entre amina orgánica, derivado de ácido carbónico y composición de hidroxil aromático. El contenido preferible de los mismos en la composición es como se indica más adelante.

La composición para transferir y almacenar es adicionalmente una composición para transferir y almacenar en la que el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido es un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido haciendo reaccionar una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxil aromático, en la que el total del número de moléculas de urea ($H_2N-C(=O)-NH_2$) (V), el número de moléculas de éster del ácido carbámico (W), el número de moléculas de biurete ($H_2N-C(=O)-NH-C(=O)-NH_2$) (X) y el número total de grupos biurete terminales ($-NH-(C=O)-NH-(C=O)-NH_2$) de un compuesto que tiene grupos biurete terminales obtenidos a partir de una amina orgánica que se forma en una reacción entre una amina orgánica, derivado de ácido carbónico y composición de hidroxil aromático (Y), en concreto (V+W+X+Y), es preferiblemente de 0,0001 a 0,05 en base al número de los -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido.

Como se ha descrito anteriormente, una determinada cantidad de compuesto N sustituido está preferiblemente contenida en la composición para estabilizar el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y mejorar el rendimiento de isocianato. Por otro lado, sin embargo, si está contenida una cantidad excesivamente grande de compuesto N sustituido, pueden formarse polímeros y adherirse a, o solidificarse en el reactor debido a la reacción con isocianato formado durante la descomposición térmica. Por lo tanto, el número total mencionado anteriormente (V+W+X+Y) está preferiblemente dentro de un intervalo de 0,0001 a 0,03 y más preferiblemente dentro de un intervalo de 0,0001 a 0,01 basado en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. El número total (V+W+X+Y) puede determinarse por métodos conocidos. Por ejemplo, los componentes contenidos en la composición pueden identificarse y cuantificarse analizando la composición por un método, tal como cromatografía de gases o cromatografía de líquidos. Además, aunque el límite inferior se ha definido anteriormente como que es 0,0001, este se ajustó por los inventores de la presente invención en base al límite de detección inferior cuando se determina el número total (V+W+X+Y).

Además, la composición para transferir y almacenar es preferiblemente una composición que contiene un éster del ácido carbónico obtenido a partir de la composición de hidroxil aromático. Los inventores de la presente invención descubrieron que una composición que contiene una cantidad específica de un éster del ácido carbónico obtenido a partir de la composición de hidroxil aromático contribuye a la estabilización del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido durante la transferencia de la composición y durante el almacenamiento de la composición. Tal efecto era hasta ahora desconocido y es sorprendente. Aunque el mecanismo mediante el cual se demuestra este efecto no es claro, los inventores de la presente invención supusieron que, de un modo similar al caso de compuestos que contiene N, el éster de ácido carbónico atrapa cantidades mínimas de agua y oxígeno presentes durante la transferencia y almacenamiento de la composición, inhibiendo de este modo la desnaturalización de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. El contenido preferible del éster de ácido carbónico es tal que el número de ésteres del ácido carbónico obtenido a partir de la composición de hidroxil aromático está dentro de un intervalo de 0,0001 a 0,05 basado en el número del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Aunque es preferible que el éster de ácido carbónico esté contenido en cierto grado, puesto que existen casos en los que suceden reacciones secundarias durante la descomposición térmica si el éster de ácido carbónico está contenido en gran exceso, un intervalo de los mismos es preferiblemente de 0,0001 a 0,03, y más preferiblemente de 0,0001 a 0,01. Un éster del ácido carbónico preferiblemente contenido en la composición es un éster del ácido carbónico representado por la fórmula (44) mencionada anteriormente, y existen muchos casos en los que el éster de ácido carbónico es un compuesto formado mediante una reacción con el derivado de ácido carbónico mencionado anteriormente y la composición de hidroxil durante el transcurso de la producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido.

La composición para transferir y almacenar también puede contener un componente distinto de los compuestos descritos anteriormente (-O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, compuesto hidroxil aromático, compuesto que contiene N y un éster del ácido carbónico). Los ejemplos de tales componentes pueden incluir compuestos que tienen un grupo ureileno ($-NHCONH-$) en una molécula de los mismos, productos de reordenamiento de Fries de -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido, ésteres del ácido carbámico no N sustituidos, compuestos que tienen un grupo ureido, agua, alcoholes y gases inertes (tales como gas de nitrógeno, gas de dióxido de carbono, gas de argón o amoníaco).

Además, un grupo ureileno ($-NHCONH-$) también puede denominarse como un grupo ureína en la explicación de la presente realización.

Aunque no existen limitaciones particulares sobre las cantidades a las que están contenidos estos componentes, las cantidades de los mismos se ajustan preferiblemente según lo demande la ocasión si parece que se producen reacciones secundarias indeseables dependiendo de la temperatura de almacenamiento y similares. Los componentes más destacados son oxígeno, amoníaco, agua, sustancias oxidantes y sustancias reductoras. Existen muchos casos en los que la composición para transferir y almacenar contiene compuestos que contienen átomos de nitrógeno, o el

compuesto hidroxí aromático puede desnaturalizarse como resultado de oxidarse por oxígeno dando como resultado la aparición de fenómenos tales como coloración. Además, puesto que la composición se vuelve una composición inflamable en casi todos los casos, debe gestionarse el gas de oxígeno usando métodos conocidos de la misma manera que el almacenamiento ordinario de sustancias químicas orgánicas realizado en este campo técnico. Por ejemplo, la concentración de oxígeno en fase de gas en un tanque de almacenamiento se controla purgando con nitrógeno para que la concentración de oxígeno sea 10 % o menos, preferiblemente 1 % o menos y más preferiblemente 100 ppm o menos. En el caso de permitir que un gas inerte, tal como nitrógeno fluya a través de las porciones en fase de gas, la concentración de oxígeno del gas de inserción se controla a 10 ppm o menos. La composición contiene amoníaco de 1 a 1000 ppm, preferiblemente de 1 a 300 ppm, más preferiblemente de 1 a 100 ppm y lo más preferiblemente de 1 a 10 ppm.

Por otra parte, la composición preferiblemente no contiene ningún catalizador de transesterificación (el catalizador de transesterificación se refiere a un catalizador utilizado en una reacción de una etapa de transesterificación que se describirá más adelante en el presente documento). Como un resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, se descubrió que el catalizador de transesterificación tiene el efecto de facilitar la aparición de una reacción que provoca la desnaturalización del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Por lo tanto, el contenido del catalizador de transesterificación es preferiblemente 2000 ppm o menos, más preferiblemente 600 ppm o menos, incluso más preferiblemente 200 ppm o menos y lo más preferiblemente 20 ppm o menos.

Aunque la cantidad de amoníaco es preferiblemente tan baja como sea posible en consideración del equilibrio como también es sabido en la técnica anterior, se descubrió sorprendentemente que tiene el efecto de inhibir reacciones que provocan la desnaturalización del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido mediante componentes de catalizador en la composición (tal como iones metálicos y catalizadores de transesterificación disueltos en el mismo) cuando está presente en pequeñas cantidades. La cantidad de amoníaco descrita anteriormente es la cantidad de amoníaco al inicio de la transferencia y almacenamiento, y como se ha explicado previamente, puede consumirse durante la transferencia y almacenamiento debido al efecto de inhibir los componentes de catalizador. La composición para transferir y almacenar preferiblemente tiene la cantidad de amoníaco descrita anteriormente durante la producción de la composición para transferir y almacenar, durante la preparación de la misma, cuando se coloca la composición en un tanque de almacenamiento, o al inicio de la transferencia. Un método conocido puede realizarse para ajustar la cantidad de amoníaco, tal como purgar una fase líquida con un gas inerte, tal como nitrógeno.

Por otra parte, los intervalos descritos anteriormente son preferibles para la cantidad de catalizador de transesterificación contenido en la composición según se ha descrito previamente. El catalizador de transesterificación se refiere a un ácido de Lewis o un compuesto de metal de transición que forma un ácido de Lewis, compuesto de estaño orgánico, metal del grupo de cobre, compuesto de metal del grupo de cinc o hierro. Los ejemplos específicos pueden incluir ácidos de Lewis y compuestos de metal de transición que forman un ácido de Lewis, tales como AlX_3 , TiX_3 , TiX_4 , VOX_3 , VX_5 , ZnX_2 , FeX_2 o SnX_4 (en los que X representa un halógeno, un grupo acetoxi, un grupo alcoxi o un grupo ariloxi); compuestos de estaño orgánico, tales como $(CH_3)_3SnOCHCH_3$, $(C_2H_5)_3SnOCOC_6H_5$, $Bu_3SnOCOC_6H_5$, $Ph_3SnOCOC_6H_5$, $Bu_2Sn(OCOC_6H_5)_2$, $Bu_2Sn(OCOC_{11}H_{23})_2$, Ph_3SnOCH_3 , $(C_2H_5)_3SnOPh$, $Bu_2Sn(OCH_3)_2$, $Bu_2Sn(OC_2H_5)_2$, $Bu_2Sn(OPh)_2$, $Ph_2Sn(CH_3)_2$, $(C_2H_5)_3SnOH$, $PhSnOH$, Bu_2SnO , $(C_8H_{17})_2SnO$, Bu_2SnCl o $BuSnO(OH)$; compuestos metálicos de la familia del cobre, tales como $CuCl$, $CuCl_2$, $CuBr$, $CuBr_2$, CuI , CuI_2 , $Cu(OAc)_2$, $Cu(acac)_2$, olefinato de cobre, Bu_2Cu , $(CH_3O)_2Cu$, $AgNO_3$, $AgBr$, picrato de plata o $AgC_6H_6ClO_4$; compuestos de cinc, tales como $Zn(acac)$; y, compuesto metálicos de la familia del hierro, tales como $Fe(C_{10}H_8)(CO)_5$, $Fe(CO)_5$, $Fe(C_4H_6)(CO)_3$, $Co(mesityleno)_2(PetzPh_2)$, $CoC_5F_5(CO)_7$ o ferroceno. (En la lista anterior de ejemplos, Bu se refiere a un grupo butilo, Ph se refiere a un grupo fenilo y acac se refiere a un ligando de quelato de acetil acetona).

Aunque variando de acuerdo con la composición de la composición, la concentración de agua se controla a un 10 % en peso o menos y preferiblemente 1 % en peso o menos puesto que la presencia de una gran cantidad de agua puede provocar fenómenos que previenen que la composición sea uniforme, y en el caso de usar la composición como material de partida de un -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, la concentración de agua se controla más preferiblemente a 100 ppm o menos puesto que la presencia de una gran cantidad de agua puede provocar reacciones secundarias derivadas del agua. La concentración de agua puede controlarse por un método conocido, tal como el uso de un agente de deshidratación o desecante, destilación a presión reducida, presión aumentada o presión normal, o purgando una fase de líquido con un gas inerte para retirar el agua junto con el gas inerte. Puesto que la presencia de una sustancia oxidante o sustancia reductora puede provocar la desnaturalización del compuesto hidroxí aromático, estas sustancias se controlan usando un método conocido para controlar compuestos hidroxí aromáticos. Sustancias de oxidación se refieren a ácidos de Bronsted, tales como ácidos orgánicos o ácidos inorgánicos y ácidos de Lewis, mientras que sustancias reductoras se refiere a bases de Bronsted, tales como bases orgánicas o bases inorgánicas, bases de Lewis y gas de hidrógeno. Las sustancias reductoras no incluyen compuestos obtenidos a partir de la composición, tales como el amoníaco mencionado anteriormente, derivado de ácido carbónico o compuesto que componen la composición.

Aunque no existen limitaciones particulares sobre las condiciones para almacenar y transferir la composición, existen condiciones a las que sucede con extrema facilidad una reacción de descomposición térmica del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a altas temperaturas. Aunque variando de acuerdo con el periodo de almacenamiento, aunque el almacenamiento se realiza dentro de un intervalo de -40 a 280 °C, y en casos en los que se ven afectadas las fluides

y la estabilidad, a de 0 a 260 °C y preferiblemente de 40 a 260 °C, la temperatura de almacenamiento puede controlarse correspondiendo a la aplicación de la composición, el periodo de almacenamiento y facilidad de manipulación de la composición. Aunque el almacenamiento y la transferencia se realizan dentro de sus intervalos de temperatura respectivos, cuando se usa la composición como material de partida para la producción de isocianato y cuando se transfiere a un reactor para la descomposición térmica de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, la transferencia puede realizarse después de confirmar que la transferencia puede realizarse con seguridad de acuerdo con las condiciones de la reacción de descomposición térmica y el equipo que acompaña al reactor de descomposición térmica puesto que la transferencia al reactor de descomposición térmica se realiza típicamente después de precalentar a la temperatura de reacción. En general, la transferencia se realiza dentro de un intervalo de -40 a 280 °C, y en casos en los se ven afectadas la fluidez y estabilidad, se realiza de 0 a 260 °C y preferiblemente de 40 a 260 °C. La transferencia puede controlarse dependiendo de la aplicación de la composición, tiempo de transferencia y facilidad de manipulación de la composición según se ha descrito previamente. Aunque no existen limitaciones particulares sobre la presión durante la transferencia, el almacenamiento puede realizarse en condiciones de presión reducida a condiciones de presión aumentada. Cuando se almacena a presión reducida, puesto que la composición de hidroxí aromático puede retirarse por destilación, la proporción del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y la composición de hidroxí aromático en la composición se controla para que esté dentro del intervalo descrito previamente. No existen limitaciones particulares sobre los recipientes de almacenamiento, líneas y similares durante el almacenamiento y transferencia. Un recipiente se selecciona de acuerdo con regulaciones de manipulación aplicables en consideración de la manipulación de una sustancia orgánica inflamable mientras que se presta atención al punto de ignición de la composición que se está manipulando. Tampoco existen limitaciones particulares sobre el material, y puede utilizarse un material conocido. Los ejemplos de materiales pueden incluir vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales base recubiertos de vidrio y materiales recubiertos de Teflon (marca registrada). Accesoriamente, puede proporcionarse equipo conocido según sea necesario como equipo para almacenar y transferir la composición, tal como bombas, instrumentos o equipo de control de temperatura.

La composición para transferir y almacenar -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido indicada anteriormente puede prepararse mezclando un -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, una composición de hidroxí aromático, un compuesto que contiene N y un éster del ácido carbónico para que se formule en los intervalos descritos previamente, y se obtiene en la producción de éster de ácido carbámico N-sustituido. La composición también puede prepararse añadiendo y/o retirando la composición de hidroxí aromático, compuesto que contiene N y éster del ácido carbónico para que se formule en los intervalos descritos previamente usando una composición que contiene O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido como base. El método para producir el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido puede realizarse preferiblemente de la manera indicada más adelante. No hace falta decir que una composición que contiene -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, que se obtiene en la producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, también puede utilizarse según está. El método para producir O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido puede realizarse preferiblemente de acuerdo con un método indicado más adelante en el presente documento.

<Reacción de Amina Orgánica, Derivado de Ácido Carbónico y Composición de Hidroxí>

Lo siguiente proporciona una explicación de un método para producir éster de ácido carbámico N-sustituido a partir de una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxí.

El método para producir éster de ácido carbámico N-sustituido de la presente realización puede dividirse generalmente en los siguientes dos métodos:

(1) un método en el que se realiza una etapa (A) que comprende la producción de -O-(Ar y/o R²) éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar "simultáneamente" la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí, y

(2) un método que separa las etapas para producir -O-(Ar y/o R²) éster del ácido carbámico N-sustituido a partir de la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí, en el que un compuesto que tiene un grupo ureído se produce haciendo reaccionar la amina orgánica y el derivado de ácido carbónico en una etapa (a), y un -O-(Ar y/o R²) éster del ácido carbámico N-sustituido se produce haciendo reaccionar el compuesto que tiene un grupo ureído y la composición de hidroxí en una etapa (b) posterior.

En el método de producción de la presente realización, también pueden combinarse los métodos (1) y (2). El -O-(Ar y/o R²) éster del ácido carbámico N-sustituido mencionado anteriormente se refiere a un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y/o un -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido.

La FIG. 1 muestra un dibujo conceptual que representa un método de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido de acuerdo con la etapa (A) en (1), mientras que la FIG. 2 muestra un dibujo conceptual que representa un método de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido compuesto de la etapa (a) y la etapa (b) en (2).

<Etapa (A)>

En primer lugar se proporciona una descripción del método (1) (Etapa (A)).

En contraste a "simultáneamente" en el método (1) que se refiere a las etapas para producir éster de ácido carbámico N-sustituido que está dividido en dos etapas en el método de (2), estas etapas no se dividen en el método (1), y no se refiere necesariamente a hacer reaccionar la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí precisamente al mismo tiempo.

La Etapa (A) es una etapa en la que la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí se hacen reaccionar usando un reactor de producción de uretano equipado con un condensador, la composición de hidroxí, un compuesto que tiene un grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico, y un gas que contiene amoniaco producido como un subproducto en la reacción se introducen en el condensador proporcionado en el reactor de producción de uretano, y se produce un éster de ácido carbámico N-sustituido en el que la composición de hidroxí y el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico se condensan. Un reactor de producción de uretano según se hace referencia en el presente documento indica un reactor en el que se realiza la producción de éster de ácido carbámico N-sustituido.

Aunque las condiciones de reacción para producir éster de ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí varían de acuerdo con los compuestos reaccionados, la cantidad de la composición de hidroxí está dentro de un intervalo de una proporción estequiométrica de 1 a 500 veces los grupos amino de la amina orgánica utilizada. Aunque se prefiere utilizar un gran exceso de la composición de hidroxí puesto que se forman fácilmente compuestos de carbonilo sustituidos complejamente y similares si la cantidad de la composición de hidroxí utilizada es excesivamente baja, en consideración del tamaño del reactor, este está preferiblemente dentro de un intervalo de 1 a 200 veces, más preferiblemente dentro de un intervalo de 1,5 a 100 veces, e incluso más preferiblemente dentro de un intervalo de 2 a 50 veces.

La cantidad del derivado de ácido carbónico está dentro de un intervalo de una proporción estequiométrica de 1 a 10 veces los grupos amino de la amina orgánica utilizada. Aunque es preferible utilizar un exceso de derivado de ácido carbónico puesto que también se forman fácilmente compuesto de carbonilo sustituido complejamente y similares si la cantidad de derivado de ácido carbónico utilizada es baja, si se utiliza una cantidad demasiado excesiva de derivado de ácido carbónico, pueden formarse fácilmente a la inversa compuestos de carbonilo sustituido complejamente o puede quedar derivado de ácido carbónico sin reaccionar dando como resultado que se requiera un esfuerzo excesivo para separar y recuperar el derivado de ácido carbónico (que va a describirse más adelante). Por consiguiente, la cantidad del derivado de ácido carbónico está preferiblemente dentro de un intervalo de 1,1 a 10 veces y más preferiblemente dentro de un intervalo de 1,5 a 5 veces.

Aunque variando de acuerdo con las reactividades de la amina orgánica, derivado de ácido carbónico y composición de hidroxí utilizados, la temperatura de reacción está preferiblemente dentro de un intervalo de 100 a 350 °C. Si la temperatura es inferior a 100 °C, la reacción se ralentiza o la reacción difícilmente tiene lugar apenas debido al enlace fuerte del subproducto de amoniaco a la composición de hidroxí, o aumento de compuestos de carbonilo complejamente sustituidos, haciendo de este modo esto indeseable. Por otro lado, a temperaturas superiores a 350 °C, el derivado de ácido carbónico se rompe, la composición de hidroxí se desnaturaliza mediante deshidrogenación o hay un incremento de la susceptibilidad a la aparición de descomposición o desnaturalización del producto en forma de éster del ácido carbámico N-sustituido, haciendo de este modo esto indeseable. Desde diversos puntos de vista, la temperatura de reacción está más preferiblemente dentro de un intervalo de 120 a 320 °C e incluso más preferiblemente dentro de un intervalo de 140 a 300 °C.

Aunque la presión de reacción varía de acuerdo con la composición del sistema de reacción, temperatura de reacción, método utilizado para retirar amoniaco, aparato de reacción y similares, y la reacción puede realizarse a presión reducida, presión normal o presión aumentada, generalmente se realiza preferiblemente dentro de un intervalo de 0,01 kPa a 10 MPa (presión absoluta). En consideración de la facilidad de aplicación industrial, la reacción se realiza preferiblemente a presión reducida o presión normal, y la presión de reacción está preferiblemente dentro de un intervalo de 0,1 kPa a 1,5 MPa (presión absoluta).

En la etapa (A), la reacción que forma éster de ácido carbámico N-sustituido principalmente se realiza habitualmente en la fase líquida. Por lo tanto, la composición de hidroxí está presente preferiblemente en forma de un componente de fase líquida en las condiciones de reacción. Por otro lado, como se describirá más adelante, puesto que la composición de hidroxí y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico (que se describirá en detalle más adelante) se introducen en el condensador en forma de un componente de fase gaseosa y se condensan en el condensador, la composición de hidroxí está presente preferiblemente como un componente de fase gaseosa en las condiciones de reacción. Por lo tanto, las condiciones de reacción se ajustan de manera que una porción de la composición de hidroxí está presente en forma de un componente de fase líquida, mientras que una porción también está presente en forma de un componente de fase gaseosa. En el caso de utilizar una composición de hidroxí compuesta de una pluralidad de compuestos hidroxí, las condiciones de reacción se ajustan de manera que al menos un tipo de los compuestos hidroxí está presente como un componente de fase líquida. Puesto que tales condiciones de reacción (temperatura de la reacción y presión) están relacionadas íntimamente a las propiedades de la composición de hidroxí utilizada y particularmente a la correlación entre temperatura y presión de vapor, las propiedades de la composición de hidroxí utilizada (correlación entre temperatura y presión de vapor) se

miden o investigas y se usan como un indicador para determinar las condiciones de reacción. Por casualidad, es una materia de sentido común entre las personas con un habilidad habitual en la técnica que la correlación entre las propiedades de temperatura y presión de vapor difieren ampliamente dependiendo de la pureza de la sustancia y los tipos y cantidades de otros compuestos presentes, y también cuando se establecen las condiciones de reacción, es por sí solo evidente que no solo las propiedades de la composición de hidroxí (correlación entre temperatura y presión de vapor), sino también los tipos y cantidades de otros compuestos presentes también deben tomarse en consideración.

Como resultado de estudios extensivos realizados por los inventores de la presente invención, la reacción que forma éster de ácido carbámico N-sustituido a partir de la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y el compuesto de hidroxí se encontró que era una reacción de equilibrio que está considerablemente inclinada hacia el lado de los reactantes. Por lo tanto, para aumentar el rendimiento del éster del ácido carbámico N-sustituido, es necesario realizar la reacción mientras se retira del sistema tanta cantidad del subproducto amoniaco como sea posible. El amoniaco se retira de manera que la concentración de amoniaco en el líquido de reacción sea preferiblemente 1000 ppm o menos, más preferiblemente 300 ppm o menos, incluso más preferiblemente 100 ppm o menos y lo más preferiblemente 10 ppm o menos. El amoniaco puede retirarse utilizando métodos tales como destilación reactiva, uso de un gas inerte, separación de membrana y separación adsorbente. Por ejemplo, la destilación reactiva se refiere a un método para separar continuamente el amoniaco formado durante la reacción por destilación en forma de gas. Esto puede realizarse mientras se hierve un disolvente o composición de hidroxí para aumentar la eficacia de destilación del amoniaco. Además, un método que utiliza un gas inerte se refiere a un método para separar del sistema de reacción continuamente el amoniaco formado durante la reacción en forma de gas junto con el gas inerte. Los ejemplos de gases inertes utilizados incluyen nitrógeno, helio, argón, dióxido de carbono, metano, etano y propano, estos pueden utilizarse solos o en forma de una mezcla, y es preferible un método en el que el gas inerte se introduce en el sistema de reacción. Los ejemplos de adsorbentes utilizados en métodos que utilizan separación adsorbente pueden incluir adsorbentes capaces de utilizarse en las condiciones de temperatura a las que se realiza la reacción, tales como sílice, alúmina, diversos tipos de zeolita o tierra de diatomeas. Estos métodos para retirar amoniaco fuera del sistema pueden realizarse solos o puede realizarse una pluralidad de tipos en combinación.

Puede utilizarse un catalizador en la reacción con el propósito de aumentar la velocidad de reacción, por ejemplo. Los ejemplos de catalizadores que se utilizan preferiblemente pueden incluir catalizadores básicos, tales como metilatos, etilatos o butiratos (incluyendo isómeros) de litio, sodio, potasio, calcio o bario, elementos de tierras raras, antimonio o bismuto solos u óxidos, sulfuros y sales de los mismos, solo boro o compuestos de boro, metales de la familia del cobre, familia del cinc, familia del aluminio, familia del carbono y familia del titanio en la tabla periódica, así como óxidos metálicos y sulfuros de los mismos, y carburos y nitruros de elementos de la familia del carbono excluyendo carbono, familia del titanio, familia del vanadio y familia del cromo en la tabla periódica. Aunque no existen limitaciones particulares sobre la cantidad del catalizador utilizada en el caso de utilizar un catalizador, puede utilizarse un catalizador dentro de un intervalo de una proporción estequiométrica de 0,0001 a 100 veces los grupos amino del compuesto de amina. Puesto que existen muchos casos en los que es necesario retirar el catalizador si se añade un catalizador, la reacción se realiza preferiblemente sin añadir un catalizador. En el caso de utilizar un catalizador, el catalizador puede retirarse después de la reacción. Puesto que existen muchos casos en los que un catalizador puede tener un efecto nocivo sobre compuestos formados durante las etapas de la presente realización, el catalizador se separa o retira preferiblemente durante el transcurso de la obtención de isocianato mediante descomposición térmica de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y purificación del isocianato. Si el isocianato se almacena junto con el catalizador, existen muchos casos en los que pueden suceder fenómenos indeseables, tales como decoloración. Puede utilizarse un método conocido para retirar el catalizador, y pueden utilizarse métodos tales como separación de membrana, separación destilativa y cristalización. El catalizador se retira preferiblemente por las razones descritas anteriormente sin que se limite a la etapa (A). Más preferentemente, el catalizador se retira al finalizar cada etapa en la que se utiliza. Pueden usarse preferiblemente métodos conocidos según se ha descrito previamente para retirar el catalizador.

Aunque variando de acuerdo con la composición del sistema de reacción, temperatura de reacción, método utilizado para retirar amoniaco, aparato de reacción, presión de reacción y similares, el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de una reacción continua) es generalmente de 0,01 a 100 horas. El tiempo de reacción también puede determinarse de acuerdo con la cantidad de formación del compuesto diana en forma de éster de ácido carbámico N-sustituido. Por ejemplo, la reacción puede detenerse después de haber muestreado el líquido de reacción, determinado el contenido de éster de ácido carbámico N-sustituido en el líquido de reacción y confirmar que el éster de ácido carbámico N-sustituido se ha formado a un rendimiento del 10 % o más en base a la amina orgánica utilizada, o la reacción puede detenerse después de haber confirmado que el rendimiento es 90 % o superior. En el caso de utilizar una composición de hidroxí aromático para la composición de hidroxí, el líquido de reacción que contiene O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido por el método de producción puede utilizarse según está como una composición de transferencia y almacenamiento para el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido según se ha descrito previamente, o puede utilizarse preparando, añadiendo y/o retirando, la composición de hidroxí aromático, compuesto que contiene N y éster del ácido carbónico, y aunque la composición para transferir y almacenar O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido puede usarse preferiblemente para producir isocianato, si el contenido del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en ese momento es bajo (el rendimiento es bajo), resultando en una disminución en el rendimiento de isocianato. En el caso de utilizar un alcohol para la composición de hidroxí, aunque el -O-R² éster

del ácido carbámico N-sustituido se obtiene en la reacción de la etapa (A), el -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido también se utiliza para producir isocianato después de haberse convertido en un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido por diversas etapas que se describirán más adelante. Por lo tanto, una disminución en el rendimiento de isocianato también da como resultado el caso de un bajo rendimiento de -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido.

Desde los puntos de vista anteriores, el rendimiento es preferiblemente 50 % o más, más preferiblemente 80 % o más e incluso más preferiblemente 90 % o más.

Aunque el uso de un disolvente de reacción no se requiere necesariamente en la reacción, se utiliza preferiblemente un disolvente adecuado como disolvente de reacción con el propósito de facilitar el procedimiento de reacción, los ejemplos de los cuales pueden incluir alcanos, tales como pentano (incluyendo isómeros), 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), etilbenceno, diisopropil benceno (incluyendo isómeros), dibutil benceno (incluyendo isómeros) o naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como acetonitrilo o benzonitrilo; 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 hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenil metano, terfenilo, antraceno o dibencil tolueno (incluyendo isómeros); hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; 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 tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, difenil éter o difenil sulfuro; compuestos de cetona, tales como acetona o metil etil cetona; compuestos de éster, tales como acetato de etilo o benzoato de etilo; y sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido. Naturalmente, una composición de hidroxil utilizada en exceso en la reacción también se utiliza preferiblemente como un disolvente de reacción.

La reacción se realiza en un sistema que tiene una fase gaseosa que contiene una composición de hidroxil, un compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir de un derivado de ácido carbónico y amoniaco producido como un subproducto en la reacción, y una fase líquida en la que se realiza la reacción. Aunque la reacción también puede realizarse en la fase gaseosa dependiendo de las condiciones de reacción, la mayoría de la reacción se realiza en la fase líquida. En ese momento, el contenido volumétrico de la fase líquida en la reacción en la que se realiza la reacción es preferiblemente 50 % o menos. En el caso de realizar la reacción continuamente durante un largo periodo de tiempo, aunque pueden formarse subproductos poliméricos debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento (tales como temperatura o presión) y similares, si el contenido volumétrico de la fase líquida en el reactor es alto, la adhesión y acumulación de tales subproductos poliméricos en el reactor pueden evitarse. Sin embargo, puesto que la eficacia de retirada de subproducto de amoniaco puede empobrecerse y el rendimiento del éster de ácido carbámico N-sustituido puede disminuir si el contenido volumétrico de la fase líquida es excesivamente alto, el contenido volumétrico de la fase líquida basado en la fase gaseosa es preferiblemente 50 % o menos, más preferiblemente 30 % o menos e incluso más preferiblemente 20 % o menos (el contenido volumétrico de la fase líquida se refiere proporción volumétrica de la fase líquida basada en el volumen del tanque de reacción en el caso de un reactor de tipo tanque, el volumen de la etapa inferior a la etapa de alimentación (sin incluir la parte inferior del tanque y el recalentador) en el caso de un reactor de tipo columna, o el volumen del destilador de película fina en el caso de un destilador de película fina).

No existen limitaciones particulares sobre el reactor utilizado cuando se realiza la reacción (en concreto, un reactor de producción de uretano) con la condición de que esté equipado con un condensador, y aunque puede utilizarse un reactor conocido, se utiliza preferiblemente un reactor de tipo tanque y/o de tipo columna equipado con un condensador.

Como se ha descrito previamente, la reacción se realiza preferiblemente en un sistema que tiene una fase gaseosa que contiene una composición de hidroxil, un compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir de un derivado de ácido carbónico y amoniaco producido como un subproducto en la reacción, y una fase líquida en que la reacción se realiza en condiciones, para que el contenido volumétrico de la fase líquida en el reactor sea 50 % o menos, y un reactor que satisface estas condiciones se selecciona para el reactor en el que se realiza la reacción.

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

No existen limitaciones particulares sobre el tipo de condensador provisto en el reactor y puede utilizarse un condensador conocido. Por ejemplo, pueden utilizarse y combinarse adecuadamente condensadores convencionalmente conocidos, tales como un condensador cilíndrico multitubular, un condensador de doble tubo, condensador de un solo tubo o condensador refrigerado por aire. El condensador puede proporcionarse en el interior del reactor o proporcionarse fuera del reactor o puede estar conectado con el reactor mediante una línea, y pueden

emplearse diversos tipos en consideración de las formas del reactor y condensador, la manera en la que se manipula el líquido condensado y similares.

No existen limitaciones particulares sobre los materiales del reactor y condensador y pueden utilizarse materiales conocidos. Los ejemplos de materiales que pueden utilizarse pueden incluir vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales base recubiertos de vidrio y materiales recubiertos de Teflon (marca registrada). Materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y pueden utilizarse preferiblemente. Pueden añadirse según sea necesario aparatos de proceso conocidos, tales como un medidor del flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un recalentador, una bomba o un condensador y similares, puede utilizarse un método conocido, tal como vapor o un calentador para calentar, y puede utilizarse para refrigeración un método conocido, tal como refrigeración de aire, refrigeración de agua o salmuera. También pueden añadirse etapas según sea necesario. Por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos capaces de ser concebidos por una persona o ingeniero con una habilidad habitual en la técnica, tales como una etapa de retirar el amoniaco formado, una etapa de purificar la amina primaria orgánica, una etapa de disolver la urea en el compuesto hidroxí aromático, una etapa de disolver el compuesto hidroxí aromático, una etapa de separar el alcohol, una etapa de separar y/o purificar el compuesto hidroxí aromático, una etapa de purificar el compuesto que tiene grupos ureido del líquido de reacción formado o una etapa de incinerar o descartar subproductos y similares.

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

Aunque el método de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido de la presente invención contiene hacer reaccionar una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxí usando un reactor equipado con un condensador para producir un éster del ácido carbámico N-sustituido, lo siguiente proporciona una explicación de manipulación de componentes gaseosos formados en la reacción que contiene la composición de hidroxí, el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico y el amoniaco producido como un subproducto.

En el método de la presente realización, un gas que contiene la composición de hidroxí, el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico y el amoniaco formado como un subproducto en la reacción se introduce en un condensador provisto en el reactor, toda o una porción de la composición de hidroxí y todo o una porción del compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico se condensan, el compuesto hidroxí contenido en la composición de hidroxí del condensador está a una proporción estequiométrica de 1 o más basado en el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del ácido carbónico condensado, y la proporción del número de grupos carbonilo ($-C(=O)-$) contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco recuperado del condensador en forma de un gas con respecto al número de moléculas de amoniaco es 1 o menos.

La FIG. 3 muestra un dibujo conceptual que representa la manipulación de componentes gaseosos en relación del método de producción de éster de ácido carbámico N-sustituido de la presente realización.

<Condensación de Componentes Gaseosos>

En la reacción, un gas que contiene la composición de hidroxí, el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico y amoniaco formado como un subproducto en la reacción se introduce en el condensador, y toda o una porción de la composición de hidroxí y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico se condensan (véase FIG. 3). En ese momento, el compuesto hidroxí contenido en el la composición de hidroxí del condensador está en una proporción estequiométrica de 1 o más basado en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico.

El "compuesto que contiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico" condensado en el condensador en la presente realización se refiere a compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico utilizado en la reacción entre la amina orgánica, derivado de ácido carbónico y composición de hidroxí, e incluyen el derivado de ácido carbónico en sí mismo utilizado como material de partida (sustancia sin reaccionar y/o porción en exceso en el caso de utilizar un exceso basado en la amina orgánica), compuestos resultantes de la reacción entre el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí y compuestos resultantes de la reacción del mismo tipo o tipos diferentes de derivados de ácido carbónico. Aunque es difícil identificar todos los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir de derivados de ácido carbónico, los ejemplos específicos de los mismos pueden incluir la urea y éster del ácido carbámico utilizados como materiales de partida, compuestos de urea, tales como ácido isocianico, urea, biuretes (compuestos en el lado derecho de la fórmula (G) mencionada anteriormente), nuratatos (compuestos del primer parámetro en el lado derecho de la fórmula (K) mencionada anteriormente) o polímeros de urea (compuestos en el lado derecho de la fórmula (L) mencionados

anteriormente) formados como subproductos, ésteres del ácido carbámico en los que el grupo éster es un grupo obtenido a partir de la composición de hidroxí, y ésteres del ácido carbónico en los que el grupo éster es un grupo obtenido a partir de la composición de hidroxí. Los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico pueden cuantificarse por métodos en los que los grupos carbonilo contenidos en el compuesto se detectan mediante un método, tal como espectroscopia infrarroja, espectroscopia cercana a infrarrojos, espectroscopia de Raman o espectroscopia ultravioleta, o pueden cuantificarse por un método que analiza específicamente compuestos formados, tales como cromatografía de gases, cromatografía líquida o RMN. Estos compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico tienen habitualmente un alto punto de fusión y tienden a precipitar fácilmente. Entre los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico listado anteriormente, la urea requiere en particular la mayor precaución puesto que se forma en grandes cantidades (detectada en grandes cantidades) y tiene un punto de fusión de 135 °C.

Como resultado de hacer que la proporción estequiométrica del compuesto hidroxí contenido en la composición de hidroxí condensado sea 1 o más en base al compuesto condensado que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en el procedimiento de condensación, puede obtenerse una mezcla de los mismos en forma de una mezcla de líquidos homogénea en el condensador. Por lo tanto, no solo facilita la manipulación de la mezcla, sino que también es posible evitar la aparición de problemas, tales como adhesión y acumulación de componentes sólidos en el condensador. Además, como se describirá más adelante, esto también es eficaz para reducir la cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenidos en el amoniaco recuperado del condensador a igual o menos que una cantidad específica. La cantidad del compuesto hidroxí contenido en la composición de hidroxí condensado basada en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en términos de proporción estequiométrica es más preferiblemente 2 o más, e incluso más preferiblemente 3 o más. Para asegurar que la cantidad del compuesto hidroxí contenido en la composición de hidroxí condensado en base al compuesto condensado que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico está dentro de los intervalos anteriores, el condensador se mantiene preferiblemente a una temperatura de al menos 90 °C inferior a la del punto de ebullición convencional de la composición de hidroxí a la cual la composición no se solidifica.

<Contenido de Compuesto de Carbonilo en Amoniaco>

Aunque se recupera amoniaco del condensador en forma de gas, el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco está presente en una cantidad igual o inferior a una cantidad específica. Más específicamente, la proporción del número de grupos carbonilo (-C(=O)-) contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco con respecto al número de moléculas de amoniaco es 1 o menos, preferiblemente 0,5 o menos, más preferiblemente 0,1 o menos, e incluso más preferiblemente 0,02 o menos. La razón para especificar un intervalo específico para la cantidad del compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco es evitar la adhesión y acumulación de componentes sólidos en una línea para transferir el amoniaco desde el condensador.

Aunque no pueden identificarse todos los componentes sólidos que se adhieren y acumulan en la línea para transferir amoniaco, como resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, se determinó que la mayoría son compuestos que tienen grupos carbonilo. Aunque un posible método para evitar la adhesión y acumulación de tales componentes sólidos comprende calentar la línea para transferir amoniaco para descomponer compuestos que tienen grupos carbonilo, de acuerdo con estudios realizados por los inventores de la presente invención, existen muchos casos en los que únicamente calentar provoca la polimerización de productos de descomposición (tales como ácido isocianico) o reacción con otros compuestos que tienen grupos carbonilo, haciendo de este modo difícil evitar por completo la adhesión y acumulación de componentes sólidos. Además, en el caso de simplemente calentar la línea, se determinó que los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco y sus productos de descomposición se solidifican como resultado de enfriarse rápidamente a la salida de la línea para transferir amoniaco (tal como la porción en contacto con la atmósfera), dando por tanto como resultado habitualmente una adhesión prominente y acumulación de componentes sólidos. Como resultado de productos extensivos con respecto a este problema, los inventores de la presente invención descubrieron que el problema de adhesión y acumulación de componentes sólidos puede resolverse haciendo que la cantidad del compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco sea igual o inferior a la cantidad específica descrita anteriormente, conduciendo de este modo a la consumación de la presente invención. Aunque el mecanismo mediante el cual se demuestra este efecto no es claro, los inventores de la presente invención supusieron que la adhesión y acumulación en la línea está provocada por el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en sí mismo, así como los productos de descomposición y/o polimerización del compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico, y que haciendo que la cantidad de grupos carbonilo contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico sea igual o inferior a una concentración específica, la adhesión del compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en sí mismo, así como las velocidades de reacción de descomposición y/o polimerización de ese compuesto se reducen considerablemente.

El "compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico" se refiere a compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico utilizado en la reacción entre la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxilo, e incluyen el derivado de ácido carbónico en sí mismo utilizado como material de partida (sustancia sin reaccionar y/o porción en exceso en el caso de utilizar un exceso basado en la amina orgánica), compuestos resultantes de la reacción entre el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxilo y compuestos resultantes de la reacción del mismo tipo o tipos diferentes de derivados de ácido carbónico. Aunque es difícil identificar todos los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico, los ejemplos específicos de los mismos pueden incluir la urea y éster del ácido carbámico utilizados como materiales de partida, compuestos de urea, tales como ácido isociánico, urea, biuret (compuestos en el lado derecho de la fórmula (G) mencionada anteriormente), nitratos (compuestos del primer parámetro en el lado derecho de la fórmula (K) mencionada anteriormente) o polímeros de urea (compuestos en el lado derecho de la fórmula (L) mencionados anteriormente) formados como subproductos, ésteres del ácido carbámico en los que el grupo éster es un grupo obtenido a partir de la composición de hidroxilo, y ésteres del ácido carbónico en los que el grupo éster es un grupo obtenido a partir de la composición de hidroxilo. Aunque variando de acuerdo con las condiciones de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido, se requiere precaución con respecto a la urea, ácido isociánico, éster del ácido carbámico y éster del ácido carbónico entre los compuestos mencionados anteriormente puesto que estos están contenidos habitualmente en el amoníaco y están presentes en grandes cantidades. De acuerdo con estudios realizados por los inventores de la presente invención, si las cantidades de estos compuestos en el amoníaco se controlan para que estén dentro de los intervalos preferibles descritos anteriormente, generalmente puede evitarse el problema de adhesión y acumulación de componentes sólidos en la línea para transferir amoníaco.

Los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en amoníaco pueden cuantificarse por diversos métodos conocidos, y pueden usarse métodos tales como cromatografía de gases, cromatografía líquida, RMN, espectroscopia de (cercana a) infrarrojos o espectroscopia ultravioleta. Más específicamente, estos compuestos pueden medirse, por ejemplo, introduciendo el amoníaco en forma de gas directamente en un cromatógrafo de gases (tal como poniendo en contacto la línea para transferir amoníaco directamente con un cromatógrafo de gases e inyectando amoníaco atrapado en una bolsa o contenedor para atrapar gas, tal como una bolsa Tedlar en el cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas), o absorbiendo compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenidos en el amoníaco con agua o un disolvente orgánico y similares, seguido de medición por cromatografía de gases, cromatografía líquida, RMN, espectroscopia de (cercana a) infrarrojos o espectroscopia ultravioleta. Entre estos métodos, preferiblemente se realiza un método en el que el amoníaco se introduce directamente en forma de gas en un cromatógrafo de gases equipado con un analizador de masas para identificar compuestos que tienen grupos carbonilo, y la suma total de los productos de las cantidades de compuestos que tienen grupos carbonilo y el número de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo se toma para que sea la cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoníaco.

Puesto que los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en cantidades por debajo del límite de detección de los métodos indicados aquí están presentes en concentraciones extremadamente bajas en el amoníaco, apenas hay casos en los que tengan un efecto sobre la adhesión y acumulación de componentes sólidos en la línea de transferencia de amoníaco, lo que permite que no se incluyan en la "cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico" y se ignoren.

<Reutilización de Componentes Condensados>

La mezcla de la composición de hidroxilo y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico condensados mediante el condensador como se ha descrito anteriormente puede recircularse dentro del reactor y reutilizarse en la reacción entre la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxilo, la mezcla puede recuperarse y la composición de hidroxilo y/o el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico puede reutilizarse en la reacción entre la amina orgánica, el ácido carbónico y la composición de hidroxilo, o la mezcla puede reutilizarse en la etapa de producción de éster del ácido carbámico no N-sustituido (en referencia a la etapa (c) que se describirá más adelante, siendo la etapa (c) una etapa que se realiza preferiblemente como una etapa de producir éster del ácido carbámico no N-sustituido en el caso de utilizar un éster del ácido carbámico no N-sustituido para el derivado de ácido carbónico).

La FIG. 4 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto de la presente realización en forma de reutilización de componentes condensados. Cuando se reutilizan componentes condensados, la cantidad de amoníaco contenido en la composición de hidroxilo y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico es preferiblemente 5000 ppm o menos. Aunque los componentes condensados pueden reutilizarse en la reacción entre la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxilo incluso si el amoníaco está contenido a más de 5000 ppm, puesto que la reacción entre la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxilo es una reacción de equilibrio como se ha descrito previamente, para que la reacción tenga lugar eficientemente, es necesario retirar un producto de la misma en forma del amoníaco fuera del sistema. Si una cantidad demasiado excesiva de amoníaco está contenida en la composición reutilizada y el compuesto que tiene

grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico, la cantidad de amoniaco extraído de la reacción aumenta, previniendo de este modo que la concentración de amoniaco en el líquido de reacción disminuya al intervalo preferible (intervalo descrito anteriormente) como resultado de exceder la cantidad de amoniaco capaz de ser extraído por unidad de tiempo (que depende de la capacidad del reactor de producción de uretano, las condiciones de reacción y similares), y provocando una disminución en el rendimiento del éster del ácido carbámico N-sustituido. Por lo tanto, aunque es preferible que la cantidad de amoniaco contenido en la composición de hidroxilo y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico que se reutilizan en la reacción sea baja, disminuir la cantidad de amoniaco a un nivel extremadamente bajo requiere un esfuerzo considerable. Desde este punto de vista, la cantidad de amoniaco contenido en la composición de hidroxilo y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico es más preferiblemente 3000 ppm o menos e incluso más preferiblemente 2000 ppm o menos.

Como se ha descrito anteriormente, aunque diversos compuestos pueden recuperarse como compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico, la mezcla de la composición de hidroxilo y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico puede usarse para reutilizar los componentes condensados incluso si esta contiene esos compuestos.

<Método de Producción de Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Utilizando una Composición de Hidroxilo Aromático que Contiene una Pluralidad de Tipos de Compuestos Hidroxilo Aromáticos>

Lo siguiente proporciona una explicación de un método de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición de hidroxilo aromático que contiene un compuesto hidroxilo aromático activo y un compuesto hidroxilo inactivo para la composición de hidroxilo.

Como se ha descrito previamente, en el método de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización, un gas que contiene la composición de hidroxilo aromático y un compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico se condensa para recuperar el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en forma de una solución homogénea. Por consiguiente, la composición de hidroxilo aromático contiene preferiblemente un compuesto hidroxilo aromático que se evapora fácilmente hasta un cierto grado en las condiciones de reacción. Por otro lado, puesto que la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxilo aromático reaccionan principalmente en la fase líquida para formar éster del ácido carbámico N-sustituido, la composición de hidroxilo aromático contiene preferiblemente un compuesto hidroxilo aromático que está presente en forma de un líquido en las condiciones de reacción. Por lo tanto, una composición de hidroxilo aromático que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilo aromáticos que tienen diferentes puntos de ebullición convencionales puede usarse preferiblemente para la composición de hidroxilo aromático.

En este caso, existen muchos casos en los que, cuando cualquiera de la pluralidad de tipos de compuestos hidroxilo aromáticos que tienen diferentes puntos de ebullición convencionales forma éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar con la amina orgánica y el derivado de ácido carbónico, se forma una pluralidad de tipos de los compuestos hidroxilo aromáticos junto con isocianato durante la producción de isocianato mediante descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido, por tanto haciendo compleja la separación de los compuestos hidroxilo aromático. Por lo tanto, un método para producir éster del ácido carbámico N-sustituido que tiene grupos éster obtenidos a partir de un compuesto de hidroxilo aromático activo con alta selectividad se realiza preferiblemente utilizando una combinación de un compuesto hidroxilo aromático activo y un compuesto hidroxilo aromático inactivo. Además, si se selecciona compuestos aromáticos para que el punto de ebullición convencional de los compuestos hidroxilo aromático activo sea el mayor en la composición de hidroxilo aromático, la concentración del compuesto hidroxilo aromático activo aumenta en la fase líquida en la que la reacción de formación del éster del ácido carbámico N-sustituido tiene lugar principalmente, haciendo de este modo posible formar un éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido a partir del compuesto hidroxilo aromático activo con mayor selectividad. Un compuesto hidroxilo aromático inactivo que tiene un punto de ebullición convencional menor que el punto de ebullición convencional del compuesto hidroxilo aromático activo se introduce preferiblemente en el condensador en forma de un componente de fase gaseosa y se condensa en el condensador junto con el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico. En el caso de combinar compuestos hidroxilo aromático que tienen diferentes puntos de ebullición convencionales de esta manera, la diferencia en los puntos de ebullición convencionales entre el compuesto hidroxilo aromático presente principalmente en la fase líquida y el compuesto hidroxilo aromático condensado en el condensador junto con el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico es preferiblemente 5 °C o más y más preferiblemente 10 °C o más. En particular, es eficaz combinar compuestos hidroxilo aromático para que el punto de ebullición convencional del compuesto hidroxilo aromático activo sea preferiblemente 5 °C o más grande y más preferiblemente 10 °C o más grande que el punto de ebullición convencional del compuesto hidroxilo aromático de baja actividad.

La FIG. 5 muestra un dibujo conceptual del método de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición de hidroxilo aromático de una pluralidad de tipos de los compuestos hidroxilo aromático como se ha descrito anteriormente (aquí, en beneficio de la simplicidad de la explicación, se describe una composición de hidroxilo

aromático que contiene dos tipos de compuestos hidroxí aromático que comprende un compuesto hidroxí aromático activo y un compuesto hidroxí aromático inactivo).

5 En el caso de utilizar una composición de hidroxí aromático que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxí aromático de esta manera, la cantidad del compuesto hidroxí aromático con respecto a la cantidad de compuesto hidroxí aromático inactivo en la composición de hidroxí aromático en términos de proporción estequiométrica es preferiblemente de 0,01 a 100 veces, más preferiblemente de 0,05 a 20 veces e incluso más preferiblemente de 0,1 a 10 veces.

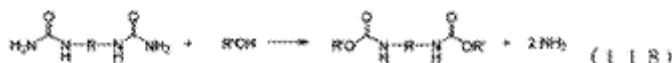
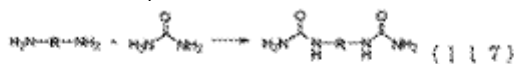
10 <Método de Producción de Uretano Utilizando un Compuesto que Tiene Grupos Ureido>

Como se ha descrito previamente, el método para producir éster de ácido carbámico N-sustituido de la presente realización puede dividirse generalmente en los siguientes dos métodos:

15 (1) un método en el que se produce éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar "simultáneamente" la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí, y
 (2) un método que separa las etapas para producir éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí en el que un compuesto que tiene grupos ureido se produce haciendo reaccionar la amina orgánica y el derivado de ácido carbónico en la primera
 20 etapa (etapa (a)), y un éster del ácido carbámico N-sustituido se produce haciendo reaccionar el compuesto que tiene grupos ureido y un compuesto hidroxí en una segunda etapa posterior (etapa (b)). Lo siguiente proporciona una descripción del método de (2).

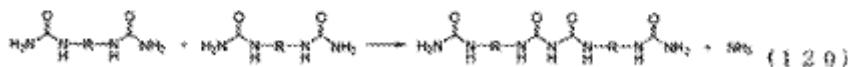
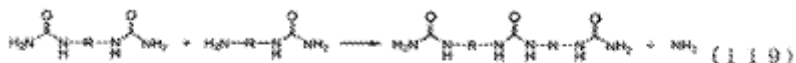
25 Los inventores de la presente invención creen que la reacción en la que éster del ácido carbámico N-sustituido se forma en la etapa (A) tiene lugar en forma de una combinación de las diversas reacciones indicadas más adelante. Además, en la siguiente explicación, en beneficio de la simplicidad, se utiliza una amina orgánica que tiene dos grupos amino para la amina orgánica. Naturalmente, la explicación se aplica de un modo similar a casos que utilizan aminas orgánicas distintas a las indicadas en el presente documento.

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



35 (en la que, R representa respectivamente e independientemente un grupo orgánico sustituido con dos sustituyentes).

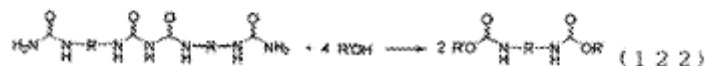
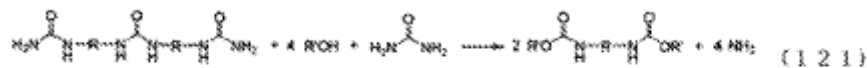
40 En la reacción que forma un compuesto que tiene grupos ureido de la fórmula (117) anterior, se forma una reacción en la que un compuesto que tiene grupos ureileno a partir de un compuesto que tiene grupos ureido y una amina orgánica representada por la siguiente fórmula (119), o una reacción en la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



45 (en la que, R representa respectivamente e independientemente un grupo orgánico sustituido con dos sustituyentes).

50 El compuesto que tiene un grupo ureileno reacciona con un derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxí para formar éster del ácido carbámico N-sustituido como se muestra en la fórmula (121) más adelante, mientras por

ejemplo, el compuesto que tiene un grupo biurete y un compuesto hidroxí se supone que reaccionan con un compuesto hidroxí para formar éster del ácido carbámico N-sustituido como en la fórmula (122) más adelante:

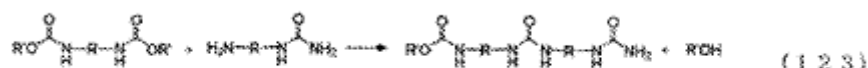


5 (en la que,

R representa respectivamente e independientemente un grupo orgánico sustituido con dos sustituyentes, y R'OH representa un compuesto hidroxí monovalente).

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

15 De esta manera, en el método de (1) anterior, se produce éster del ácido carbámico N-sustituido pasando a través de diversos intermedios. En particular, las velocidades de formación de éster del ácido carbámico N-sustituido de acuerdo con las reacciones de las fórmulas (121) y (122) anteriores se determinaron que eran más lentas que la velocidad de formación de éster del ácido carbámico N-sustituido de acuerdo con la reacción de la fórmula (118) anterior. Concretamente, esto significa que cuando intenta obtenerse el éster del ácido carbámico N-sustituido a un rendimiento igual o superior a un determinado nivel, el tiempo de reacción se vuelve más largo debido a las reacciones lentas de las fórmulas (121) y (122) anteriores, y si el tiempo de reacción se vuelve más largo, hubo casos en los que el éster del ácido carbámico N-sustituido formado en primer lugar se mantiene durante un largo tiempo en las condiciones de temperatura de reacción, provocando de este modo una reacción de desnaturalización del éster del ácido carbámico N-sustituido y una disminución en el rendimiento de éster del ácido carbámico N-sustituido. Además, en el caso de finalizar la reacción en un corto periodo de tiempo para evitar la desnaturalización del éster del ácido carbámico N-sustituido, quedan grandes cantidades del compuesto que tiene un grupo ureileno (compuesto en el lado derecho de la fórmula (119), por ejemplo) y el compuesto que tiene un grupo biurete (compuesto en el lado derecho de la fórmula (120), por ejemplo) formados como intermedios, lo que provoca habitualmente una disminución en el rendimiento del éster de ácido carbámico N-sustituido. Además, existen casos en los que el éster del ácido carbámico N-sustituido formado por la reacción comparativamente rápida de la fórmula (118) anterior reaccionada con extremos de amina (grupos -NH₂) de amina orgánica sin reaccionar dan como resultado la formación de un compuesto que tiene un grupo ureileno (de acuerdo con la reacción de fórmula (123) posterior, por ejemplo):



111

35 (en la que,

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

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

45 Como resultado de estudios extensivos realizados por los inventores de la presente invención, se descubrió que este problema se resolvía mediante el método (2) anterior, en concreto dividiendo la etapa de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y el compuesto hidroxí, produciendo un compuesto que tiene grupos ureido haciendo reaccionar la amina orgánica y el derivado de ácido carbónico en una primera etapa (etapa (a)), y produciendo éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar el compuesto que tiene grupos ureido y el compuesto hidroxí en una segunda etapa posterior (etapa (b)). Este método puede utilizarse para producir éster del ácido carbámico N-sustituido inhibiendo reacciones secundarias de la manera de las fórmulas (119) y (120) anteriores y provocando selectivamente la aparición de la reacción de fórmula (117) anterior mientras se inhibe una reacción (reacción de fórmula (118) anterior) que forma éster del ácido carbámico N-sustituido mediante una reacción entre el compuesto que tiene grupos ureido de acuerdo con la fórmula (117) anterior

y el compuesto hidroxilo para evitar un estado en el que el éster del ácido carbámico N-sustituido y amina orgánica sin reaccionar están ambos presentes en la primera etapa (etapa (a)), y después provocando la aparición de la reacción entre el compuesto que tiene grupos ureido y el compuesto hidroxilo (reacción de fórmula (118) anterior) en la segunda etapa posterior (etapa (b)). De acuerdo con este método, puede resolverse el problema con el método (1) anterior.

Aunque naturalmente la etapa (a) es importante en este método, en esta etapa (a), los inventores de la presente invención descubrieron sorprendentemente que el compuesto que tiene grupos ureido puede producirse selectivamente realizando selectivamente la reacción de la fórmula (117) anterior haciendo que la proporción entre la amina orgánica y el derivado de ácido carbámico esté dentro de un intervalo específico en un sistema en el que la amina orgánica, el derivado de ácido carbámico y la composición de hidroxilo están todos presentes. Este intervalo preferible específico y la razón por la cual es preferible (presunta razón) se explica más adelante junto con las condiciones de reacción de cada etapa.

El método correspondiente a (2) anterior, que se realiza preferiblemente en el método de la presente realización, es un método para producir éster del ácido carbámico N-sustituido por un proceso comprendido por la realización de las siguientes etapas (a) y (b) en ese orden:

etapa (a): etapa de obtención de una mezcla de reacción que contiene un compuesto que tiene grupos ureido haciendo reaccionar una amina orgánica y un derivado de ácido carbámico; y,
 etapa (b): etapa de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar el compuesto que tiene grupos ureido obtenidos en la etapa (a) y una composición de hidroxilo usando un reactor de producción de uretano equipado con un condensador, en el que un gas que contiene la composición de hidroxilo, un compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbámico y amoniaco formado como un subproducto en la reacción se introduce en el condensador provisto en el reactor de producción de uretano, y la composición de hidroxilo y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbámico se condensan.

Lo siguiente proporciona una explicación de las etapas (a) y (b).

<Etapa (a)>

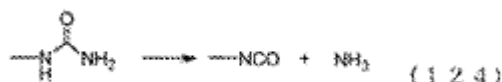
La Etapa (a) es una etapa de obtención de una mezcla de reacción que contiene un compuesto que contiene grupos ureido haciendo reaccionar una amina orgánica y un derivado de ácido carbámico. La FIG. 6 muestra un dibujo conceptual que representa la etapa (a). Además, puede formarse amoniaco en la etapa (a) dependiendo del compuesto utilizado para el derivado de ácido carbámico (y particularmente en el caso de utilizar urea).

Aunque variando de acuerdo con los compuestos reaccionados, las condiciones de reacción para realizar la reacción entre la amina orgánica y el derivado de ácido carbámico son tales que el número de derivados de ácido carbámico con respecto al número de grupos amino de la amina orgánica está dentro de un intervalo de 1 a 100 veces. En el caso de utilizar una pequeña cantidad del derivado de ácido carbámico, se forman fácilmente compuestos de carbonilo complejamente sustituido, tales como compuestos que tienen grupos ureileno presuntamente atribuibles a la fórmula (119) anterior. Por lo tanto, es preferible utilizar una cantidad en exceso del derivado de ácido carbámico.

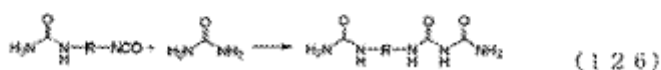
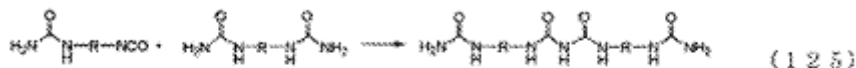
Además, una cantidad en exceso de derivado de ácido carbámico presente en el sistema de reacción de la etapa (a) se supone que tiene el efecto de estabilizar el compuesto que tiene grupos ureido formados en el mismo. De acuerdo con estudios realizados por los inventores de la presente invención, se determinó que se formaban compuestos que tienen un enlace de biurete (por ejemplo, el compuesto en el lado derecho de la siguiente fórmula (125)) y compuestos que tienen un biurete terminal (por ejemplo, el compuesto en el lado derecho de la siguiente fórmula (126)) durante el transcurso de la producción del compuesto que tiene grupos ureido dependiendo de las condiciones de reacción. Para formar el compuesto diana que tiene grupos ureido con alta selectividad, si es necesario inhibir la formación de tales compuestos. Como resultado de estudios extensivos realizados por los inventores de la presente invención, se descubrió sorprendentemente que existe una relación íntima entre la cantidad del derivado de ácido carbámico en el sistema de reacción y las cantidades de tales compuestos formados, y que la formación de tales compuestos se reduce cuanto mayor es la cantidad de derivado de ácido carbámico presente. Aunque el mecanismo mediante el cual el derivado de ácido carbámico presente en el sistema de reacción demuestra este efecto no está claro, los inventores de la presente invención hicieron las presunciones indicadas más adelante con respecto a este mecanismo.

Aquí, se considera un ejemplo de una reacción en el caso de utilizar una amina orgánica que tiene dos grupos amino primarios. Esto se aplica naturalmente en el caso de utilizar una amina orgánica distinta de la indicada o un derivado de ácido carbámico.

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



- 5 Se presume que hay casos en los que el compuesto que tiene un terminal isocianato reacciona con grupos ureido (de acuerdo con la siguiente fórmula (125), por ejemplo), o en el caso de que la urea esté presente en el sistema, reacciona con la urea (de acuerdo con la siguiente fórmula (126), por ejemplo) para formar un compuesto que tiene un enlace de biurete o compuesto que tiene un terminal biurete:



- 10 (en la que,
R representa un grupo orgánico sustituido con dos sustituyentes).

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

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

- 25 De esta manera, el uso de una cantidad en exceso de derivado de ácido carbónico es preferible, puesto que esto permite que se forme el compuesto que tiene grupos ureido con alta selectividad. Sin embargo, el uso de una cantidad demasiado excesiva de derivado de ácido carbónico aumenta el tamaño del reactor haciendo difícil la aplicación industrial, o como se describirá más adelante, puede impedir la separación y recuperación del derivado de ácido carbónico. Por lo tanto, del número de derivados de ácido carbónico basado en el número de grupos amino de la amina orgánica está preferiblemente dentro de un intervalo de 1,1 a 10 veces y más preferiblemente dentro de un intervalo de 1,5 a 5 veces.

- 30 Además, es necesario poner atención al procedimiento cuando se realiza la reacción en consideración de la función del derivado de ácido carbónico como se ha descrito anteriormente. Concretamente, se realiza preferiblemente un método en el que, por ejemplo, toda la cantidad de derivado de ácido carbónico utilizado se disuelve de antemano en un disolvente de reacción (los detalles de lo cual se describirán más adelante), seguido de la adición de la amina orgánica a esta solución mixta de manera que se mantiene continuamente el número de derivados de ácido carbónico en el sistema de reacción en un estado de exceso (y en una estado de gran exceso si es posible) basado en el número de grupos amino de la amina orgánica.

- 40 A continuación, se da una explicación de la concentración de amoníaco en el sistema. Además, el intervalo preferido de la concentración de amoníaco descrito aquí se refiere a la concentración de amoníaco en el líquido de reacción después de que se haya formado en cierto grado el compuesto que tiene grupos ureido (tal como a un rendimiento de no menos del 5 % basado en la amina orgánica), y no se refiere al del inicio de la reacción.

- 45 La reacción en la que se forma -O-(R² y/o Ar) éster del ácido carbámico N-sustituido (tal como la reacción de la fórmula (118) mencionada anteriormente) es una reacción de equilibrio y el equilibrio está considerablemente inclinado hacia el sitio de los reactantes. Sin embargo, como resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, se determinó que la reacción en la que se forma el compuesto que tiene grupos ureido (reacción de la fórmula (117) mencionada anteriormente) era una reacción en la que el equilibrio de la misma está considerablemente inclinado hacia el sitio de los productos o era una reacción irreversible, y es virtualmente independiente de la concentración de amoníaco el sistema. Tal descubrimiento era desconocido hasta ahora y es sorprendente. Por lo tanto, se descubrió que el compuesto que tiene grupos ureido puede formarse selectivamente manteniendo la concentración de amoníaco en el líquido de reacción de la etapa (a) a un determinado nivel o superior e inhibiendo la formación de éster del ácido carbámico N-sustituido mediante una reacción entre el compuesto que tiene grupos ureido formados y el compuesto hidroxilo aromático (reacción de la fórmula (118) mencionada anteriormente), y se descubrió adicionalmente que el compuesto que tiene grupos ureido puede obtenerse con buena selectividad inhibiendo las

secundarias manteniendo la concentración de amoníaco a un determinado nivel o superior. En los métodos desvelados anteriormente para producir compuestos que tienen grupos ureido, se forman fácilmente reacciones secundarias cuando se obtiene un compuesto que tiene grupos ureido de acuerdo con la reacción mencionada anteriormente, y estaban contenidos dentro de un intervalo en el que el éster del ácido carbámico N-sustituido formado de acuerdo con la fórmula (118) mencionada anteriormente se forma simultáneamente en grandes cantidades, resultando por tanto en el serio problema de aparición concomitante de reacciones secundarias atribuibles al éster de ácido carbámico N-sustituido. Para resolver estos problemas, se controla la cantidad de la urea y/o éster del ácido carbámico no N-sustituido utilizada y/o la concentración de amoníaco. La concentración de amoníaco preferible para demostrar tal efecto es mayor a 10 ppm, más preferiblemente mayor a 100 ppm, incluso más preferiblemente mayor a 300 ppm y lo más preferiblemente mayor a 1000 ppm.

La etapa (a) puede realizarse a una temperatura de reacción dentro de un intervalo de 30 a 250 °C. Aunque una temperatura alta es preferible para aumentar la velocidad de reacción, por otro lado, puesto que suceden reacciones indeseables a altas temperaturas (tales como descomposición del derivado de ácido carbónico) dando como resultado la formación de compuestos de urea complejamente sustituidos y compuestos de carbonilo, la temperatura de reacción está preferiblemente dentro de un intervalo de 50 a 200 °C y más preferiblemente dentro de un intervalo de 70 a 180 °C. Un aparato de refrigeración conocido o aparato de calentamiento puede instalarse en el reactor para realizar la (a) para mantener una temperatura de reacción constante.

Aunque variando de acuerdo con los tipos de compuestos utilizados, la composición del sistema de reacción, temperatura de reacción, aparato de reacción y similares, normalmente la reacción se realiza preferiblemente a una presión de reacción dentro de un intervalo de 0,01 kPa a 10 MPa (presión absoluta), y en consideración de la facilidad de aplicación industrial, se realiza preferiblemente a una presión de reacción dentro de un intervalo de 0,1 kPa a 5 MPa (presión absoluta).

No existen limitaciones particulares sobre el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de un método continuo), y el tiempo de reacción es generalmente de 0,001 a 100 horas, preferiblemente de 0,01 a 80 horas y más preferiblemente de 0,1 a 50 horas. Además, la reacción puede terminarse después de confirmar que se ha formado una cantidad deseada del compuesto que tiene grupos ureido muestreando el líquido de reacción y determinando la cantidad del compuesto que tiene grupos ureido por cromatografía líquida, por ejemplo. Aunque la etapa (a) es una etapa de producción del compuesto que tiene grupos ureido, en la etapa (a), si hay presente una gran cantidad de grupos amino obtenidos a partir de amina orgánica sin reaccionar, los compuestos que tienen grupos ureileno y similares se forman en la etapa (b) realizada después de la etapa (a), lo que habitualmente no solo provoca una disminución en la cantidad de éster del ácido carbámico N-sustituido formado, sino que también provoca la adhesión y solidificación en el reactor. Por lo tanto, en la etapa (a), es preferible reducir la cantidad de grupos amino obtenidos a partir de la amina orgánica formando el compuesto que tiene grupos ureido con un rendimiento tan alto como sea posible. Más específicamente, la reacción se continúa preferiblemente hasta que la proporción del número de grupos amino obtenidos a partir de la amina orgánica con respecto al número de grupos ureido que componen el compuesto que tiene grupos ureido se hace preferiblemente 0,25 o menos, más preferiblemente 0,1 o menos, e incluso más preferiblemente 0,05 o menos.

En la presente realización, puede utilizarse un catalizador según sea necesario, y los ejemplos de catalizadores que pueden utilizarse pueden incluir compuestos de metal orgánico y compuestos de metal inorgánico 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.

La reacción de la etapa (a) se realiza preferiblemente en presencia de un disolvente desde el punto de vista de disminuir la viscosidad del líquido de reacción y/o haciendo homogéneo el sistema de reacción. Los ejemplos de disolventes que pueden utilizarse preferiblemente como disolventes de reacción pueden incluir alcanos, tales como pentano (incluyendo isómeros), 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), etilbenceno, diisopropil benceno (incluyendo isómeros), dibutil benceno (incluyendo isómeros) o naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como acetonitrilo o benzonitrilo; 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 hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenil metano, terfenilo, antraceno o dibencil tolueno (incluyendo isómeros); hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclohexano, ciclooctano o etilciclohexano; 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 tetrahydrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, difenil éter o difenil sulfuro; compuestos de cetona, tales como acetona o metil etil cetona; compuestos de éster, tales como acetato de etilo o benzoato de etilo; sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido, y compuestos de hidroxilo, tales como agua, alcoholes o compuestos hidroxilo aromático. Sin embargo, desde el punto de vista de la solubilidad del producto en forma del compuesto que tiene grupos ureido, el disolvente de reacción es preferiblemente agua o una composición de hidroxilo (alcohol y compuesto hidroxilo aromático), y más preferiblemente una composición de hidroxilo (siendo la composición de hidroxilo una composición de hidroxilo compuesto de un tipo o una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilo, y una composición de

hidroxi usada preferiblemente como disolvente de reacción en la etapa (a) se denomina en lo sucesivo en el presente documento "composición de hidroxi a"). Además, estos disolventes pueden utilizarse solos o como una mezcla de dos o más tipos de los mismos.

5 Aunque los compuestos hidroxi que componen la composición de hidroxi a pueden ser completamente idénticos, parcialmente idénticos o diferentes de los compuestos hidroxi que componen la composición de hidroxi utilizada en la etapa (b), para facilitar el procedimiento, la composición de hidroxi a es preferiblemente la misma que la composición de hidroxi utilizada en la etapa (b) o es una composición compuesta de esa composición hidroxi. Aunque una explicación de lo mismo se proporciona a continuación, la reacción de la etapa (a) se realiza más preferiblemente en presencia de una composición de hidroxi aromático (al menos un tipo de composición que contiene un compuesto hidroxi aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente), o la reacción de la etapa (a) se realiza en presencia de un alcohol o composición de hidroxi aromático, seguido de la adición de una composición de hidroxi aromático (al menos un tipo de composición que contiene un compuesto hidroxi aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente).

15 Aunque los disolventes de reacción indicados aquí pueden utilizarse en una cantidad arbitraria, en el caso de utilizar un alcohol para el disolvente de reacción, este puede utilizarse una proporción estequiométrica dentro de un intervalo de más de 1 vez a menos de 100 veces basado en los grupos amino de la amina orgánica primaria. Aunque es preferible utilizar un exceso de alcohol basado en los grupos amino de la amina primaria orgánica para mejorar la fluidez del líquido de reacción y permitir que la reacción tenga lugar eficazmente, puesto que pueden resultar problemas, tales como un aumento en el tamaño del reactor si se utiliza una cantidad demasiado excesiva de alcohol, el alcohol puede utilizarse a una proporción estequiométrica más preferiblemente dentro de un intervalo de más de 5 veces a menos de 50 veces e incluso más preferiblemente dentro de un intervalo de más de 8 veces a menos de 20 veces los grupos amino de la amina primaria orgánica.

25 Además, en el caso de utilizar un compuesto hidroxi aromático para el disolvente de reacción de la etapa (A), este puede utilizarse una proporción estequiométrica dentro de un intervalo de más de 1 vez a menos de 10 veces los grupos amino de la amina orgánica primaria. Aunque es preferible utilizar un exceso de compuesto hidroxilo aromático basado en los grupos amino de la amina primaria orgánica para mejorar la fluidez del líquido de reacción y permitir que la reacción tenga lugar eficazmente, puesto que pueden resultar problemas, tales como un aumento en el tamaño del reactor si se utiliza una cantidad demasiado excesiva de compuesto hidroxilo aromático, el compuesto hidroxi aromático puede utilizarse a una proporción estequiométrica más preferiblemente dentro de un intervalo de más de 2 veces a menos de 50 veces e incluso más preferiblemente dentro de un intervalo de más de 3 veces a menos de 20 veces los grupos amino de la amina primaria orgánica.

35 Entre los alcoholes representados por la fórmula (45) mencionada anteriormente y compuestos hidroxi aromático representados por la fórmula (46) mencionada anteriormente, se utiliza preferiblemente un compuesto hidroxi aromático en el que R²⁹ es un grupo aromático en consideración de la solubilidad del compuesto que tiene formados grupos ureido. Por ejemplo, aunque la Solicitud de Patente japonesa abierta a inspección pública N.º H6-41045 describe el efecto de que la polihexametileno-urea formada por una reacción entre urea y hexametilén diamina es pobremente soluble en n-butanol, con respecto a este punto, los compuestos hidroxi aromático tienen habitualmente una solubilidad superior para diversos productos de reacción, incluyendo compuestos que tienen grupos ureido. Además, los compuestos hidroxi aromático también demuestran el efecto de promover la reacción entre la amina orgánica y el derivado de ácido carbónico. Aunque el mecanismo mediante el cual se demuestra este efecto no es claro, se ha supuesto por los inventores de la presente invención que, aunque los derivados de ácido carbónico tienden generalmente a adoptar un estado asociado, puesto que los compuestos hidroxi aromático tienen grupos hidroxi ácidos, los grupos hidroxi inhiben la asociación entre derivados de ácido carbónico haciéndolo de este modo más fácil para que las aminas se enfoquen en los sitios de reacción del derivado de ácido carbónico (que se supone que son carbonos que componen los grupos carbonilo del derivado de ácido carbónico).

50 En caso de utilizar un compuesto hidroxilo aromático para el disolvente de reacción, aunque el compuesto hidroxi aromático puede usarse solo o mezclado con otros disolventes, la cantidad del compuesto hidroxi aromático utilizado está en el intervalo de los valores descritos previamente. Incluso en el caso de añadir una composición de hidroxi aromático (una composición que contiene al menos un tipo de compuesto hidroxi aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente) después de haber realizado la etapa (a) en presencia de alcohol, la composición de hidroxi aromático se usa dentro de los intervalos descritos previamente. En ese momento, el alcohol utilizado durante la reacción de la etapa (a) también se utiliza en la proporción estequiométrica indicada para el compuesto hidroxi aromático basada en la amina orgánica como se ha descrito previamente. En caso de utilizar agua en la etapa (a), el agua se utiliza preferiblemente junto con una composición de hidroxi aromático y/o alcohol. Aunque puede utilizarse agua únicamente como disolvente, puede ser necesario retirar el agua después de la finalización de la etapa (a). Además, si un compuesto hidroxi aromático se añade en la cantidad descrita anteriormente después de la finalización de la etapa (a), el líquido de reacción puede separarse en una fase acuosa y una fase orgánica o la composición de hidroxi aromático y compuesto que tiene grupos ureido puede solidificarse, previniendo de este modo la transferencia de un líquido homogéneo cuando se realiza la etapa (b) o provocando la obstrucción de las líneas y bombas de transferencia. Por lo tanto, en el caso de utilizar solo agua para el disolvente de la etapa (a), el agua se retira antes o después de añadir el compuesto hidroxi aromático. Aunque variando de acuerdo con los compuestos

utilizados y la composición, se retira agua hasta que la cantidad de agua está dentro de un intervalo de 10 ppm a 10 % en peso, preferiblemente de 10 ppm a 5 % en peso y más preferiblemente de 10 ppm a 2 % en peso en el líquido de reacción (o líquido mixto) tras la retirada del mismo. Puede utilizarse un método conocido para retirar agua para el método de retirada de agua, y los ejemplos de métodos que pueden utilizarse incluyen preferiblemente la retirada por destilación a presión reducida o presión normal, el uso de un adsorbente, tal como zeolita, la adición de un compuesto hidrolizable, tal como un acetal, seguido de retirada de agua mediante una reacción de hidrólisis, y retirada de agua con un compuesto que reacciona con agua en la manera de N,N-diciclohexilcarbodiimida. El agua se retira más preferiblemente por destilación. En caso de utilizar agua junto con una composición de hidroxilo aromático y/o alcohol como disolvente en la etapa (a), la cantidad de agua en la reacción está dentro de un intervalo de 10 ppm a 10 % en peso, preferiblemente de 10 ppm a 5 % en peso, y más preferiblemente de 10 ppm a 2 % en peso. Los inventores de la presente invención descubrieron sorprendentemente que la reacción de la etapa (a) demuestra una mejora en la velocidad de reacción debido a la presencia de agua. Por lo tanto, tener agua presente durante la reacción es un método preferible. Aunque no se han determinado los detalles de este efecto, se supone que el efecto de potenciar la nucleofilicidad de la amina orgánica se demuestra mediante el agua.

No existen limitaciones particulares sobre el aparato de reacción utilizado cuando se realiza la reacción, y puede utilizarse un reactor conocido. Por ejemplo, pueden combinarse adecuadamente recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un reactor de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada o un destilador de película fina. No existen limitaciones particulares sobre el material del recipiente de reacción, y pueden utilizarse materiales conocidos. Los ejemplos de los mismos pueden incluir vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales base recubiertos de vidrio y materiales recubiertos de Teflon (marca registrada). Materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y pueden utilizarse preferiblemente. Pueden añadirse según sea necesario aparatos de proceso conocidos, tales como un medidor del flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un recalentador, una bomba o un condensador y similares, puede utilizarse un método conocido, tal como vapor o un calentador para calentar, y puede utilizarse para refrigeración un método conocido, tal como refrigeración de aire, refrigeración de agua o salmuera. También pueden añadirse etapas según sea necesario. Por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos capaces de ser concebidos por una persona o ingeniero con una habilidad habitual en la técnica, tales como una etapa de retirar el amoniaco formado, una etapa de purificar la amina primaria orgánica, una etapa de disolver la urea en el compuesto hidroxilo aromático, una etapa de disolver el compuesto hidroxilo aromático, una etapa de separar el alcohol, una etapa de separar y/o purificar el compuesto hidroxilo aromático, una etapa de purificar el compuesto que tiene grupos ureido del líquido de reacción formado o una etapa de incinerar o descartar subproductos y similares.

Un compuesto que tiene grupos ureido obtenido de acuerdo con la reacción descrita anteriormente es un compuesto representado por la fórmula (80) mencionada anteriormente.

En el caso de utilizar un disolvente de reacción en la etapa (a), el disolvente de reacción puede retirarse del líquido de reacción de la etapa (a) antes de realizar la etapa (b), o la etapa (b) puede realizarse sin retirar el disolvente de reacción. En particular, el compuesto hidroxilo utilizado como disolvente de reacción en la etapa (a) se utiliza preferiblemente según está como una porción de la composición de hidroxilo de la etapa (b).

<Etapa (c)>

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

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

Lo siguiente proporciona una explicación de la etapa (c).

La composición de hidroxilo c utilizada en la etapa (c) es una composición de hidroxilo que contiene un tipo o una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilo. Pueden utilizarse un alcohol y/o compuesto hidroxilo aromático para el compuesto hidroxilo. En caso de que el compuesto hidroxilo sea un alcohol, es preferible un alcohol representado por la fórmula (45) mencionada anteriormente, mientras en caso de que el compuesto hidroxilo sea un compuesto hidroxilo aromático, es preferible un compuesto hidroxilo aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente. La composición de hidroxilo utilizada en el presente documento tiene la función de un disolvente de reacción en la etapa (c) y una función de formar éster del ácido carbámico mediante reacción con urea. En el caso de un compuesto hidroxilo aromático en particular, los inventores de la presente invención descubrieron que, de un modo similar a la reacción de formación de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, la velocidad de reacción de la reacción de formación del éster del ácido carbámico también depende de la estructura del compuesto hidroxilo aromático. Por lo tanto, en

consideración de la reactividad con urea, es preferible un compuesto hidroxil aromático representado por la fórmula (56) mencionada anteriormente, mientras que es más preferible un compuesto hidroxil aromático representado por la fórmula (67) mencionada anteriormente.

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

10 Puede hacerse referencia a un método conocido (tal como el desvelado en la Solicitud de Patente japonesa abierta a inspección pública N.º H5-310677) con respecto a las condiciones de reacción de la etapa (c).

15 Aunque variando de acuerdo con los compuestos utilizados, la proporción de las cantidades de urea y la composición de hidroxil utilizada en la reacción de la etapa (c) es preferiblemente una para que la proporción estequiométrica de la cantidad de la composición de hidroxil con respecto a la cantidad de urea sea 5 o más. En caso de que la proporción estequiométrica de la cantidad de la composición de hidroxil con respecto a la cantidad de urea sea inferior a 5, el rendimiento del éster del ácido carbámico puede disminuir o puede requerirse un largo periodo de tiempo para la reacción. Aunque no existe ningún límite superior sobre la cantidad de la composición de hidroxil basada en la urea, puesto que el uso de una cantidad demasiado excesiva de la composición de hidroxil conduce a una disminución en la eficacia de producción de éster del ácido carbámico, la proporción estequiométrica descrita anteriormente es generalmente 100 o menos.

20 Puesto que la reacción entre la composición de hidroxil y la urea es tal que el equilibrio de la misma está inclinado hacia los reactantes, el amoníaco formado como un subproducto de la reacción se retira preferiblemente fuera del sistema. Un aspecto preferible del método para retirar amoníaco es destilación reactiva. La reacción también puede realizarse mientras se hierve la composición de hidroxil para aumentar la eficacia de retirada del amoníaco. La reacción también puede realizarse en el punto de ebullición de un disolvente con el mismo propósito utilizando un disolvente que tiene un punto de ebullición convencional más bajo que la composición de hidroxil utilizada. El disolvente o composición de hidroxil hervida se separa del amoníaco por un método conocido, tal como destilación, y el amoníaco se retira fuera del sistema. Los ejemplos de tales disolventes pueden incluir hidrocarburos, tales como pentano, hexano, ciclohexano, heptano, benceno, tolueno o xileno, hidrocarburos halogenados, tales como diclorometano, cloroformo o tetracloruro de carbono, cetonas, tales como acetona o metil etil cetona, y éteres, tales como tetrahidrofurano o dioxano.

25 Un aspecto preferible para retirar el amoníaco formado como un subproducto en el sistema de reacción es un método que utiliza un gas inerte. Concretamente, el amoníaco que se forman continuamente durante la reacción se combina con un gas inerte en un estado gaseoso para separarlo del sistema de reacción. Los ejemplos de tales gases inertes pueden incluir nitrógeno, helio, argón, dióxido de carbono, metano, etano y propano.

30 Otro ejemplo de un aspecto preferible de la retirada del amoníaco formado como un subproducto en el sistema de reacción es un método en el que el amoníaco se separa adsorbiendo con un adsorbente. El adsorbente utilizado es aquel que tiene la capacidad de adsorber amoníaco a la temperatura y condiciones de reacción utilizadas, y los ejemplos del mismo pueden incluir sílice, alúmina, zeolita y tierra de diatomeas.

35 La temperatura de reacción de la etapa (c) está preferiblemente dentro de un intervalo de 120 a 250 °C y más preferiblemente dentro de un intervalo de 130 a 240 °C. Si la temperatura es inferior a estos intervalos, la velocidad de reacción disminuye y se requiere un tiempo considerable para obtener un alto rendimiento, haciéndola por tanto inadecuada para su aplicación industrial. Por otro lado, si la temperatura es superior a la de los intervalos anteriores, el rendimiento puede disminuir debido a la aparición de reacciones secundarias, haciendo de este modo esto indeseable.

40 Aunque variando de acuerdo con condiciones tales como la composición del sistema de reacción, temperatura de reacción, método de retirada de amoníaco o aparato de reacción, la presión de reacción está normalmente dentro de un intervalo de 0,01 kPa a 5 MPa (presión absoluta).

45 No existen limitaciones particulares sobre el aparato de reacción utilizado cuando se realiza la reacción, y puede utilizarse un reactor conocido. Por ejemplo, pueden combinarse adecuadamente recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un reactor de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada o un destilador de película fina. No existen limitaciones particulares sobre el material del recipiente de reacción, y pueden utilizarse materiales conocidos. Los ejemplos pueden ser vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales base recubiertos de vidrio y materiales recubiertos de Teflon (marca registrada). Materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y pueden utilizarse preferiblemente. Pueden añadirse según sea necesario aparatos de proceso conocidos, tales como un medidor del flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un calentador, una bomba o un condensador y similares, puede utilizarse un método conocido, tal como vapor o un calentador para calentar, y puede utilizarse para refrigeración un método conocido, tal como refrigeración de aire, refrigeración de agua o salmuera. También pueden añadirse etapas según sea necesario. Por ejemplo, pueden

añadirse etapas y aparatos capaces de ser concebidos por una persona o ingeniero con una habilidad habitual en la técnica, tales como una etapa de retirar el amoniaco formado, una etapa de purificar la amina primaria orgánica, una etapa de disolver la urea en el compuesto hidroxí aromático, una etapa de disolver el compuesto hidroxí aromático, una etapa de separar el alcohol, una etapa de separar y/o purificar el compuesto hidroxí aromático, una etapa de purificar el compuesto que tiene grupos ureido del líquido de reacción formado o una etapa de incinerar o descartar subproductos y similares. Además, se utiliza preferiblemente un aparato provisto de una columna de destilación o un condensador parcial y similares, que separa el amoniaco, la composición de hidroxí y el disolvente, seguido de devolver la composición de hidroxí y el disolvente al sistema de reacción.

Aunque no se requiere el uso de un catalizador en la reacción de la etapa (c), puede utilizarse un catalizador para el propósito de disminuir la temperatura de reacción o aumentar la velocidad de reacción. Los ejemplos de tales catalizadores que se usan preferiblemente pueden incluir elementos de tierras raras, antimonio y bismuto solo, así como óxidos, sulfuros y cloruros de estos elementos; boro y compuestos de boro; metales que pertenecen a las familias del cobre, cinc, aluminio, carbono y titanio de la tabla periódica, así como óxidos y sulfuros de estos metales; y, carburos y nitruros de elementos que pertenecen a la familia del carbono (excluyendo carbono) y titanio, familias de vanadio y cromo de la tabla periódica. En el caso de utilizar un catalizador, aunque puede adoptarse cualquier proporción para la proporción de las cantidades del catalizador y urea, el catalizador se utiliza generalmente de 0,0001 a 0,1 veces la cantidad de urea en términos de la proporción en peso de los mismos.

También puede utilizarse un disolvente de reacción en la reacción de la etapa (c) para el propósito de disminuir la viscosidad del líquido de reacción y/o hacer que el sistema de reacción sea homogéneo. Los ejemplos de disolventes que pueden utilizarse preferiblemente como disolventes de reacción pueden incluir alcanos, tales como pentano (incluyendo isómeros), 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), etilbenceno, diisopropil benceno (incluyendo isómeros), dibutil benceno (incluyendo isómeros) o naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como acetonitrilo o benzonitrilo; 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 hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenil metano, terfenilo, antraceno o dibencil tolueno (incluyendo isómeros); hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; 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 tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, difenil éter o difenil sulfuro; compuestos de cetona, tales como acetona o metil etil cetona; compuestos de éster, tales como acetato de etilo o benzoato de etilo; y sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido. Naturalmente, la composición de hidroxí c en exceso utilizada en la etapa (c) también se utiliza preferiblemente como disolvente de reacción.

El líquido de reacción de la etapa (c) que contiene éster del ácido carbámico producido de esta manera puede utilizarse directamente en la reacción de la etapa (a) o la reacción de la etapa (A), o el éster del ácido carbámico puede utilizarse en la reacción de la etapa (a) o la reacción de la etapa (A) separando el éster del ácido carbámico. Además, después de añadir un disolvente de reacción y similares utilizados en la etapa (a) al líquido de reacción de la etapa (c), todo o una porción del disolvente de reacción utilizado en la etapa (c), exceso o compuesto hidroxí sin reaccionar y exceso o urea sin reaccionar y similares pueden extraerse del líquido de reacción de la etapa (c) y se usan en la etapa (a). La separación del éster del ácido carbámico, disolvente de reacción, composición de hidroxí, urea y similares pueden realizarse utilizando un método conocido, tal como separación destilativa, precipitación o separación de membrana.

<Etapa (b)>

La Etapa (b) es una etapa de producir éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar un compuesto que tiene grupos ureido obtenido en la etapa (a) con la composición de hidroxí. La FIG. 8 muestra un dibujo conceptual que representa la etapa (b).

En el caso de utilizar la composición de hidroxí a para el disolvente de reacción de la etapa (a) y la composición de hidroxí a es igual que la composición de hidroxí de la etapa (b), la etapa (b) puede realizarse directamente utilizando el líquido de reacción obtenido en la etapa (a). En caso de que el disolvente de reacción de la etapa (a) difiera de la composición de hidroxí de la etapa (b), la etapa (b) también puede realizarse añadiendo nuevamente un compuesto hidroxí al líquido de reacción obtenido en la etapa (a). Uno o más tipos de compuestos hidroxí pueden añadirse nuevamente al líquido de reacción obtenido en la etapa (a), y de forma continua, la etapa (b) puede realizarse después de separar todo o una porción del disolvente de reacción de la etapa (a). La etapa (b) también puede realizarse después de añadir nuevamente el compuesto hidroxí después de haber retirado todo o una porción del disolvente de reacción de la etapa (a). La composición de hidroxí añadida aquí es una composición de hidroxí que contiene al menos un tipo de un alcohol representado por la fórmula (45) mencionada anteriormente o compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente. Entre las composiciones de hidroxí, es preferible una composición de hidroxí aromático que contiene al menos un tipo de compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula (46), es más preferible una composición de hidroxí aromático que contiene un compuesto hidroxí aromático activo representado por la fórmula (56) mencionada anteriormente, y es incluso más preferible una composición de

hidroxi aromático que contiene un compuesto hidroxi aromático activo representado por la fórmula (67) mencionada anteriormente. No existen limitaciones particulares sobre el método utilizado para separar el disolvente de reacción utilizado en la etapa (a), y aunque puede utilizarse un método conocido tal como separación destilativa, separación de membrana o separación de extracción, es preferible la separación destilativa.

5 La composición de hidroxi utilizada en la etapa (b) es preferiblemente una composición de hidroxi aromático que contiene un compuesto hidroxi aromático representado por la fórmula (46), y más preferiblemente una composición de hidroxi aromático que contiene un compuesto hidroxi aromático activo representado por la fórmula (56) o (67).

10 Aunque variando de acuerdo con los compuestos reaccionados, las condiciones de reacción para producir éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar el compuesto que tiene grupos ureido y la composición de hidroxi en la etapa (b) son aquellas en las que la cantidad de la composición de hidroxi es tal que la proporción estequiométrica del número de compuestos hidroxi que componen la composición de hidroxi con respecto al número de grupos ureido del compuesto que tiene grupos ureido utilizada está dentro de un intervalo de 1 a 500 veces. Aunque es preferible utilizar un exceso de compuesto hidroxi puesto que los compuestos de carbonilo complejamente sustituidos y compuestos de alto peso molecular que tienen enlaces de carbonilo en moléculas de los mismos se forman fácilmente si la proporción estequiométrica es inferior a 1 vez, en consideración del tamaño del reactor, la proporción estequiométrica está preferiblemente dentro de un intervalo de 1 a 100 veces, más preferiblemente dentro de un intervalo de 2 a 50 veces e incluso más preferiblemente dentro de un intervalo de 3 a 20 veces.

20 Aunque variando de acuerdo con los compuestos utilizados, la temperatura de reacción es preferiblemente dentro de un intervalo de 100 a 350 °C. Puesto que la composición de hidroxi y amoniaco formada como un subproducto forma enlaces fuertes si la temperatura es inferior a 100 °C, la reacción se ralentiza, la reacción difícilmente tiene lugar apenas o aumentan los compuestos de carbonilo complejamente sustituidos, haciendo de este modo esto indeseable. Por otro lado, si la temperatura es mayor a 350 °C, el derivado de ácido carbónico se descompone, la composición de hidroxi se desnaturaliza por deshidratación, o sucede fácilmente la descomposición y desnaturalización del producto en forma de éster del ácido carbámico N-sustituido, haciendo de este modo esto indeseable. Desde estos puntos de vista, la temperatura de reacción está preferiblemente dentro de un intervalo de 120 a 320 °C y más preferiblemente dentro de un intervalo de 140 a 300 °C.

30 Aunque variando de acuerdo con la composición del sistema de reacción, temperatura de reacción, método de retirada de amoniaco y aparato de reacción y similares, generalmente la presión de reacción está preferiblemente dentro de un intervalo de 0,01 Pa a 10 MPa (presión absoluta), está preferiblemente dentro de un intervalo de 0,1 Pa a 5 MPa (presión absoluta) en consideración de la facilidad de aplicación industrial, y está más preferiblemente dentro de un intervalo de 0,1 Pa a 1,5 MPa (presión absoluta) en consideración de la retirada de amoniaco gaseoso fuera del sistema.

40 En la etapa (b), la reacción que forma éster de ácido carbámico N-sustituido principalmente se realiza habitualmente en la fase líquida. Por lo tanto, la composición de hidroxi está presente preferiblemente en forma de un componente de fase líquida en las condiciones de reacción. Por otro lado, como se describirá más adelante, puesto que la composición de hidroxi y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico (que se describirá en detalle más adelante) se introducen en el condensador en forma de un componente de fase gaseosa y se condensan en el condensador, la composición de hidroxi está presente preferiblemente como un componente de fase gaseosa en las condiciones de reacción. Por lo tanto, las condiciones de reacción se ajustan de manera que una porción de la composición de hidroxi está presente en forma de un componente de fase líquida, mientras que una porción también está presente en forma de un componente de fase gaseosa. En el caso de utilizar una composición de hidroxi compuesta de una pluralidad de compuestos hidroxi, las condiciones de reacción se ajustan de manera que al menos un tipo de los compuestos hidroxi está presente como un componente de fase líquida. Puesto que tales condiciones de reacción (temperatura de la reacción y presión) están relacionadas íntimamente a las propiedades de la composición de hidroxi utilizada y particularmente a la correlación entre temperatura y presión de vapor, las propiedades de la composición de hidroxi utilizada (correlación entre temperatura y presión de vapor) se miden o investigan y se usan como un indicador para determinar las condiciones de reacción. Por casualidad, es una materia de sentido común entre las personas con un hábito habitual en la técnica que la correlación entre las propiedades de temperatura y presión de vapor difieren ampliamente dependiendo de la pureza de la sustancia y los tipos y cantidades de otros compuestos presentes, y también cuando se establecen las condiciones de reacción, es por sí solo evidente que no solo las propiedades de la composición de hidroxi (correlación entre temperatura y presión de vapor), sino también los tipos y cantidades de otros compuestos presentes también deben tomarse en consideración.

60 Como se ha descrito previamente, puesto que la reacción que forma éster del ácido carbámico N-sustituido es una reacción de equilibrio que está inclinada hacia el sitio de los reactantes, la reacción se realiza preferiblemente mientras se retira tanto subproducto de amoniaco como sea posible del sistema. El amoniaco se retira de manera que la concentración de amoniaco en el líquido de reacción sea preferiblemente 1000 ppm o menos, más preferiblemente 300 ppm o menos, incluso más preferiblemente 100 ppm o menos y lo más preferiblemente 10 ppm o menos. El amoniaco puede retirarse utilizando métodos tales como destilación reactiva, uso de un gas inerte, separación de membrana y separación adsorbente. Por ejemplo, la destilación reactiva se refiere a un método para separar

continuamente el amoniaco formado durante la reacción por destilación en forma de gas. Esto puede realizarse mientras se hierve un disolvente o composición de hidroxí para aumentar la eficacia de destilación del amoniaco. Además, un método que utiliza un gas inerte se refiere a un método para separar del sistema de reacción continuamente el amoniaco formado durante la reacción en forma de gas junto con el gas inerte. Los ejemplos de gases inertes utilizados pueden incluir nitrógeno, helio, argón, dióxido de carbono, metano, etano y propano, estos pueden utilizarse solos o en forma de una mezcla, y es preferible un método en el que el gas inerte se introduce en el sistema de reacción. Estos métodos para retirar amoniaco fuera del sistema pueden realizarse solos o puede realizarse una pluralidad de tipos en combinación.

Puede utilizarse un catalizador en la reacción con el propósito de aumentar la velocidad de reacción, por ejemplo. Los ejemplos de catalizadores que se utilizan preferiblemente pueden incluir catalizadores básicos, tales como metilatos, etilatos o butiratos (incluyendo isómeros) de litio, sodio, potasio, calcio o bario, elementos de tierras raras, antimonio o bismuto solos u óxidos, sulfuros y sales de los mismos, solo boro o compuestos de boro, metales de la familia del cobre, familia del cinc, familia del aluminio, familia del carbono y familia del titanio de la tabla periódica, así como óxidos metálicos y sulfuros de los mismos, y carburos y nitruros de elementos de la familia del carbono excluyendo carbono, familia del titanio, familia del vanadio y familia del cromo de la tabla periódica. Aunque no existen limitaciones particulares sobre la cantidad del catalizador utilizada en el caso de utilizar un catalizador, puede utilizarse un catalizador dentro de un intervalo de una proporción estequiométrica de 0,0001 a 100 veces los grupos ureido del compuesto que tiene grupos ureido.

Aunque variando de acuerdo con la composición del sistema de reacción, temperatura de reacción, método utilizado para retirar amoniaco, aparato de reacción, presión de reacción y similares, el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de una reacción continua) es generalmente de 0,01 a 100 horas. El tiempo de reacción también puede determinarse de acuerdo con la cantidad de formación del compuesto diana en forma de éster de ácido carbámico N-sustituido. Por ejemplo, la reacción puede detenerse después de haber muestreado el líquido de reacción, determinado el contenido de éster de ácido carbámico N-sustituido en el líquido de reacción y confirmar que el éster de ácido carbámico N-sustituido se ha formado a un rendimiento del 10 % o más en base al compuesto que tiene grupos ureido, o la reacción puede detenerse después de haber confirmado que el rendimiento es 90 % o superior. En el caso de utilizar una composición de hidroxí aromático para la composición de hidroxí, el líquido de reacción que contiene O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido por la reacción de la etapa (b) puede utilizarse según está como una composición de transferencia y almacenamiento para el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido según se ha descrito previamente, o puede utilizarse preparando, añadiendo y/o retirando, la composición de hidroxí aromático, compuesto que contiene N y éster del ácido carbónico, y aunque la composición para transferir y almacenar O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido puede usarse preferiblemente para producir isocianato, si el contenido del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en ese momento es bajo (el rendimiento es bajo), resultando en una disminución en el rendimiento de isocianato. En el caso de utilizar un alcohol para la composición de hidroxí, aunque el -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido se obtiene en la reacción de la etapa (b), el -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido también se utiliza para producir isocianato después de haberse convertido en un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido por diversas etapas que se describirán más adelante. Por lo tanto, una disminución en el rendimiento de isocianato también da como resultado el caso de un bajo rendimiento de -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido.

Desde los puntos de vista anteriores, el rendimiento es preferiblemente 50 % o más, más preferiblemente 80 % o más e incluso más preferiblemente 90 % o más.

Aunque el uso de un disolvente de reacción no se requiere necesariamente en la reacción, se utiliza preferiblemente un disolvente adecuado como disolvente de reacción con el propósito de facilitar el procedimiento de reacción, los ejemplos de los cuales incluyen alcanos, tales como pentano (incluyendo isómeros), 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), etilbenceno, diisopropil benceno (incluyendo isómeros), dibutil benceno (incluyendo isómeros) o naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como acetonitrilo o benzonitrilo; 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 hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenil metano, terfenilo, antraceno o dibencil tolueno (incluyendo isómeros); hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; 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 tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, difenil éter o difenil sulfuro; compuestos de cetona, tales como acetona o metil etil cetona; compuestos de éster, tales como acetato de etilo o benzoato de etilo; y sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido. Estos disolventes pueden utilizarse solos o pueden utilizarse dos o más tipos en forma de una mezcla. Naturalmente, una composición de hidroxí utilizada en exceso en la reacción se utiliza preferiblemente para el disolvente de reacción. En particular, la etapa (b) se realiza preferiblemente en presencia de un compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula (46) mencionada anteriormente. El compuesto hidroxí aromático puede ser un compuesto hidroxí aromático en el caso de un compuesto hidroxí que compone la composición de hidroxí utilizada en la etapa (b) es un compuesto hidroxí aromático, o puede ser un compuesto hidroxí aromático que se añade por separado de la composición de hidroxí utilizada en la etapa (b).

La reacción se realiza en un sistema que tiene una fase gaseosa que contiene una composición de hidroxí, un compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir de un derivado de ácido carbónico y amoniaco producido como un subproducto en la reacción, y una fase líquida en la que se realiza la reacción. Aunque la mayoría de la reacción se realiza en la fase líquida, la reacción también puede tener lugar en la fase gaseosa dependiendo de las condiciones de reacción. En ese momento, el contenido volumétrico de la fase líquida en la reacción en la que se realiza la reacción es preferiblemente 50 % o menos. En el caso de realizar la reacción continuamente durante un largo periodo de tiempo, aunque pueden formarse subproductos poliméricos debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento (tales como temperatura o presión) y similares, si el contenido volumétrico de la fase líquida en el reactor es alto, la adhesión y acumulación de tales subproductos poliméricos en el reactor pueden evitarse. Sin embargo, puesto que la eficacia de retirada de subproducto de amoniaco puede empobrecerse y el rendimiento del éster de ácido carbámico N-sustituido puede disminuir si el contenido volumétrico de la fase líquida es excesivamente alto, el contenido volumétrico de la fase líquida basado en la fase gaseosa es preferiblemente 50 % o menos, más preferiblemente 30 % o menos e incluso más preferiblemente 20 % o menos (el contenido volumétrico de la fase líquida se refiere proporción volumétrica de la fase líquida basada en el volumen del tanque de reacción en el caso de un reactor de tipo tanque, el volumen de la etapa inferior a la etapa de alimentación (sin incluir la parte inferior del tanque y el recalentador) en el caso de un reactor de tipo columna, o el volumen del destilador de película fina en el caso de un destilador de película fina).

No existen limitaciones particulares sobre el reactor utilizado cuando se realiza la reacción con la condición de que esté equipado con un condensador, y aunque puede utilizarse un reactor conocido, se utiliza preferiblemente un reactor de tipo tanque y/o de tipo columna equipado con un condensador.

Como se ha descrito previamente, la reacción se realiza preferiblemente en un sistema que tiene una fase gaseosa que contiene una composición de hidroxí, un compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir de un derivado de ácido carbónico y amoniaco producido como un subproducto en la reacción, y una fase líquida en que la reacción se realiza en condiciones, para que el contenido volumétrico de la fase líquida en el reactor sea 50 % o menos, y un reactor que satisface estas condiciones se selecciona para el reactor en el que se realiza la reacción. Más específicamente, pueden usarse y combinarse adecuadamente reactores convencionalmente conocidos, los ejemplos de los cuales pueden incluir un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación de presión reducida, un reactor de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada o un destilador de película fina.

No existen limitaciones particulares sobre el tipo de condensador provisto en el reactor y puede utilizarse un condensador conocido. Por ejemplo, pueden utilizarse y combinarse adecuadamente condensadores convencionalmente conocidos, tales como un condensador cilíndrico multitubular, un condensador de doble tubo, condensador de un solo tubo o un condensador refrigerado por aire. El condensador puede proporcionarse en el interior del reactor o proporcionarse fuera del reactor o puede estar conectado con el reactor mediante una línea, y pueden emplearse diversos tipos en consideración de las formas del reactor y condensador, la manera en la que se manipula el líquido condensado y similares.

No existen limitaciones particulares sobre los materiales del reactor y condensador y pueden utilizarse materiales conocidos. Los ejemplos de materiales que pueden utilizarse pueden incluir vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales base recubiertos de vidrio y materiales recubiertos de Teflon (marca registrada). Materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y pueden utilizarse preferiblemente. Pueden añadirse según sea necesario aparatos de proceso conocidos, tales como un medidor del flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un recalentador, una bomba o un condensador y similares, puede utilizarse un método conocido, tal como vapor o un calentador para calentar, y puede utilizarse para refrigeración un método conocido, tal como refrigeración de aire, refrigeración de agua o una salmuera. También pueden añadirse etapas según sea necesario. Por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos capaces de ser concebidos por una persona o ingeniero con una habilidad habitual en la técnica, tales como una etapa de retirar el amoniaco formado, una etapa de purificar la amina primaria orgánica, una etapa de disolver la urea en el compuesto hidroxí aromático, una etapa de disolver el compuesto hidroxí aromático, una etapa de separar el alcohol, una etapa de separar y/o purificar el compuesto hidroxí aromático, una etapa de purificar el compuesto que tiene grupos ureido del líquido de reacción formado o una etapa de incinerar o descartar subproductos y similares.

El éster de ácido carbámico N-sustituido obtenido mediante la reacción descrita anteriormente es un -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (92) mencionada anteriormente en caso de que un alcohol se use para el compuesto hidroxí que compone la composición de hidroxí. Además, el éster de ácido carbámico N-sustituido resultante es un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (104) mencionada anteriormente en caso de que un compuesto hidroxí aromático se use para el compuesto hidroxí que compone la composición de hidroxí.

<Condensación de Componentes Gaseosos>

En la reacción, un gas que contiene la composición de hidroxí, el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico y amoniaco formado como un subproducto en la reacción se introduce en el condensador, y toda o una porción de la composición de hidroxí y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico se condensan (véase FIG. 8).

5 En ese momento, el compuesto hidroxí contenido en el la composición de hidroxí del condensador está en una proporción estequiométrica de 1 o más basado en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico.

10 El "compuesto que contiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico" condensado en el condensador en la presente realización se refiere a compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico utilizado en la reacción entre la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí, e incluyen el derivado de ácido carbónico en sí mismo utilizado como material de partida (sustancia sin reaccionar y/o porción en exceso en el caso de utilizar un exceso basado en la amina orgánica),
 15 compuestos resultantes de la reacción entre el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí y compuestos resultantes de la reacción del mismo tipo o tipos diferentes de derivados de ácido carbónico. Aunque es difícil identificar todos los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir de derivados de ácido carbónico, los ejemplos específicos de los mismos pueden incluir compuestos de urea, tales como ácido isociánico, urea, biurettes o nüratos, ésteres del ácido carbámico en los que el grupo éster es un grupo obtenido a partir de la composición de hidroxí,
 20 ésteres del ácido carbámico en los que el grupo éster es un grupo obtenido a partir de la composición de hidroxí, y ésteres del ácido carbónico en los que el grupo éster es un grupo obtenido a partir de la composición de hidroxí. Los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico pueden cuantificarse por métodos en los que los grupos carbonilo contenidos en el compuesto se detectan mediante un método, tal como espectroscopia infrarroja, espectroscopia cercana a infrarrojos, espectroscopia de Raman o espectroscopia ultravioleta, o pueden cuantificarse por un método que analiza específicamente compuestos formados, tales como cromatografía de gases, cromatografía líquida o RMN. Estos compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico tienen habitualmente un alto punto de fusión y tienden a precipitar fácilmente.
 25 Entre los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico listado anteriormente, la urea requiere en particular la mayor precaución puesto que se forma en grandes cantidades (detectada en grandes cantidades) y tiene un punto de fusión de 135 °C.

Como resultado de hacer que la proporción estequiométrica del compuesto hidroxí contenido en la composición de hidroxí condensado sea 1 o más en base al compuesto condensado que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en el procedimiento de condensación, puede obtenerse una mezcla de los mismos en forma de una mezcla de líquidos homogénea en el condensador. Por lo tanto, no solo facilita la manipulación de la mezcla, sino que también es posible evitar la aparición de problemas, tales como adhesión y acumulación de componentes sólidos en el condensador. Además, como se describirá más adelante, esto también es eficaz para reducir la cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenidos en el amoniaco recuperado del condensador a igual o menos que una cantidad específica. La cantidad del compuesto hidroxí contenido en la composición de hidroxí condensado basada en el compuesto condensado que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en términos de proporción estequiométrica es más preferiblemente 2 o más, e incluso más preferiblemente 3 o más. Para asegurar que la cantidad del compuesto hidroxí contenido en la composición de hidroxí condensado en base al compuesto condensado que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico está dentro de los intervalos anteriores, el condensador se mantiene preferiblemente a una temperatura al menos 90 °C inferior al punto de ebullición convencional de la composición de hidroxí.

<Contenido de Compuesto de Carbonilo en Amoniaco>

50 Aunque se recupera amoniaco del condensador en forma de gas, el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco está presente en una cantidad igual o inferior a una cantidad específica. Más específicamente, la proporción del número de grupos carbonilo (-C(=O)-) contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco con respecto al número de moléculas de amoniaco es 1 o menos, preferiblemente 0,5 o menos, más preferiblemente
 55 0,1 o menos, e incluso más preferiblemente 0,02 o menos. La razón para especificar un intervalo específico para la cantidad del compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco es evitar la adhesión y acumulación de componentes sólidos en una línea para transferir el amoniaco desde el condensador.

60 Aunque no pueden identificarse todos los componentes sólidos que se adhieren y acumulan en la línea para transferir amoniaco, como resultado de estudios realizados por los inventores de la presente invención, se determinó que la mayoría son compuestos que tienen grupos carbonilo. Aunque un posible método para evitar la adhesión y acumulación de tales componentes sólidos consiste en calentar la línea para transferir amoniaco para descomponer compuestos que tienen grupos carbonilo, de acuerdo con estudios realizados por los inventores de la presente invención, existen muchos casos en los que únicamente calentar provoca la polimerización de productos de descomposición (tales como ácido isociánico) o reacción con otros compuestos que tienen grupos carbonilo, haciendo
 65

de este modo difícil evitar por completo la adhesión y acumulación de componentes sólidos. Además, en el caso de simplemente calentar la línea, se determinó que los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco y sus productos de descomposición se solidifican como resultado de enfriarse rápidamente a la salida de la línea para transferir amoniaco (tal como la porción en contacto con la atmósfera), dando por tanto como resultado habitualmente una adhesión prominente y acumulación de componentes sólidos. Como resultado de productos extensivos con respecto a este problema, los inventores de la presente invención descubrieron que el problema de adhesión y acumulación de componentes sólidos puede resolverse haciendo que la cantidad del compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco sea igual o inferior a la cantidad específica descrita anteriormente, conduciendo de este modo a la consumación de la presente invención. Aunque el mecanismo mediante el cual se demuestra este efecto no es claro, los inventores de la presente invención supusieron que la adhesión y acumulación en la línea está provocada por el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en sí mismo, así como los productos de descomposición y/o polimerización del compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico, y que haciendo que la cantidad de grupos carbonilo contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico sea igual o inferior a una concentración específica, la adhesión del compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en sí mismo, así como las velocidades de reacción de descomposición y/o polimerización de ese compuesto se reducen considerablemente.

Los ejemplos del compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico pueden incluir compuestos, tales como urea o éster del ácido carbámico definido como los derivados de ácido carbónico mencionados anteriormente, productos de reacción de ácido isocianico y derivados de ácido carbónico formados mediante descomposición térmica del derivado de ácido carbónico en forma de compuestos tales como biuret y triuret (compuestos en el lado derecho de la fórmula (L) mencionada anteriormente), nurato (compuestos en el lado derecho de la fórmula (K) mencionada anteriormente), y compuestos, tales como los productos de reacción de derivados del ácido carbónico y compuestos hidroxí aromático en forma de ésteres del ácido carbónico. Aunque variando de acuerdo con las condiciones de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido, se requiere precaución con respecto a la urea, ácido isocianico, éster del ácido carbámico y éster del ácido carbónico entre los compuestos mencionados anteriormente puesto que estos están contenidos habitualmente en el amoniaco y están presentes en grandes cantidades. De acuerdo con estudios realizados por los inventores de la presente invención, si las cantidades de estos compuestos en el amoniaco se controlan para que estén dentro de los intervalos preferibles descritos anteriormente, generalmente puede evitarse el problema de adhesión y acumulación de componentes sólidos en la línea para transferir amoniaco.

Los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco pueden cuantificarse por diversos métodos conocidos, y pueden usarse métodos tales como cromatografía de gases, cromatografía líquida, RMN, espectroscopia de (cercana a) infrarrojos o espectroscopia ultravioleta. Más específicamente, estos compuestos pueden medirse, por ejemplo, introduciendo el amoniaco en forma de gas directamente en un cromatógrafo de gases (tal como poniendo en contacto la línea para transferir amoniaco directamente con un cromatógrafo de gases e inyectando amoniaco atrapado en una bolsa o contenedor para atrapar gas, tal como una bolsa Tedlar en el cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas), o absorbiendo compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenidos en el amoniaco con agua o un disolvente orgánico y similares, seguido de medición por cromatografía de gases, cromatografía líquida, RMN, espectroscopia de (cercana a) infrarrojos o espectroscopia ultravioleta. Entre estos métodos, preferiblemente se realiza un método en el que el amoniaco se introduce directamente en forma de gas en un cromatógrafo de gases equipado con un analizador de masas para identificar compuestos que tienen grupos carbonilo, y la suma total de los productos de las cantidades de compuestos que tienen grupos carbonilo y el número de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo se toma para que sea la cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoniaco.

Puesto que los compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en cantidades por debajo del límite de detección de los métodos indicados aquí están presentes en concentraciones extremadamente bajas en el amoniaco, apenas hay casos en los que tengan un efecto sobre la adhesión y acumulación de componentes sólidos en la línea de transferencia de amoniaco, lo que permite que no se incluyan en la "cantidad de compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico" y se ignoren.

<Reutilización de Componentes Condensados>

La mezcla de la composición de hidroxí aromático y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico condensado mediante el condensador como se ha descrito anteriormente puede recircularse dentro del reactor y reutilizarse en la reacción entre el compuesto que tiene grupos ureido y la composición de hidroxí, la mezcla puede recuperarse y la composición de hidroxí y/o el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico pueden reutilizarse en la etapa (a), o la mezcla puede reutilizarse en la etapa de producción de éster del ácido carbámico de la etapa (c).

En ese momento, la cantidad de amoníaco contenido en la composición de hidroxí y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico es preferiblemente 5000 ppm o menos. Aunque los componentes condensados pueden reutilizarse en la reacción entre la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí incluso si el amoníaco está contenido a más de 5000 ppm, puesto que la reacción entre la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí es una reacción de equilibrio como se ha descrito previamente, para que la reacción tenga lugar eficientemente, es necesario retirar un producto de la misma en forma del amoníaco fuera del sistema. Si una cantidad demasiado excesiva de amoníaco está contenida en la composición reutilizada y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico, la cantidad de amoníaco extraído de la reacción aumenta, previniendo de este modo que la concentración de amoníaco en el líquido de reacción disminuya al intervalo preferible (intervalo descrito anteriormente) como resultado de exceder la cantidad de amoníaco capaz de ser extraído por unidad de tiempo (que depende de la capacidad del reactor de producción de uretano), y provocando una disminución en el rendimiento del éster de ácido carbámico N-sustituido. Por lo tanto, aunque es preferible que la cantidad de amoníaco contenido en la composición de hidroxí y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico que se reutilizan en la reacción sea baja, disminuir la cantidad de amoníaco a un nivel extremadamente bajo requiere un esfuerzo considerable. Desde este punto de vista, la cantidad de amoníaco contenido en la composición de hidroxí y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico es más preferiblemente 3000 ppm o menos e incluso más preferiblemente 2000 ppm o menos.

Como se ha descrito anteriormente, aunque diversos compuestos pueden recuperarse como compuestos que tienen grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico, la mezcla de la composición de hidroxí y el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico puede contener estos compuestos.

Por casualidad, se produce amoníaco como un subproducto en la etapa (c) descrita previamente, y dependiendo del caso, en la etapa (a) también (particularmente en el caso de que se utilice urea como un derivado de ácido carbónico). Cuando se descarga este amoníaco, la proporción del número de grupos carbonilo (-C(=O)-) contenidos en el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico contenido en el amoníaco con respecto al número de moléculas de amoníaco es 1 o menos, preferiblemente 0,5 o menos, más preferiblemente 0,1 o menos e incluso más preferiblemente 0,02 o menos desde el punto de vista de prevenir la obstrucción de la línea de descarga de amoníaco de la misma manera que en la etapa (b).

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

<Método de Producción de Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Utilizando una Composición de Hidroxí Aromático que Contiene una Pluralidad de Tipos de Compuestos Hidroxí Aromáticos>

Aunque se da una explicación de un método de producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición de hidroxí aromático que contiene una pluralidad de compuestos hidroxí aromático, y particularmente un tipo o una pluralidad de tipos de un compuesto hidroxí aromático activo y un tipo o una pluralidad de tipos de un compuesto hidroxí aromático inactivo para la composición de hidroxí aromático, en la etapa (A) mencionada anteriormente, también puede producirse -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la etapa (b) utilizando una composición de hidroxí aromático que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxí aromático.

Como se ha descrito previamente, en el método de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización, un gas que contiene la composición de hidroxí aromático y un compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico se condensa en un condensador para recuperar el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico en forma de una solución homogénea. Por consiguiente, la composición de hidroxí aromático contiene preferiblemente un compuesto hidroxí aromático que se evapora fácilmente hasta un cierto grado en las condiciones de reacción. Por otro lado, puesto que el compuesto que tiene grupos ureido, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxí aromático reaccionan principalmente en la fase líquida para formar éster del ácido carbámico N-sustituido, la composición de hidroxí aromático contiene preferiblemente un compuesto hidroxí aromático que está presente en forma de un líquido en las condiciones de reacción. Por lo tanto, una composición de hidroxí aromático que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxí aromáticos que tienen diferentes puntos de ebullición convencionales puede usarse preferiblemente para la composición de hidroxí aromático.

En este caso, existen muchos casos en los que, cuando cualquiera de la pluralidad de tipos de compuestos hidroxí aromáticos que tienen diferentes puntos de ebullición convencionales forma éster del ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar con el compuesto que tiene grupos ureido y derivado de ácido carbónico, una pluralidad de tipos de compuestos hidroxí aromático se forma junto con isocianato durante la producción de isocianato mediante descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido, por tanto haciendo compleja la separación de los compuestos hidroxí aromático. Por lo tanto, un método para producir éster del ácido carbámico N-sustituido que tiene

grupos éster obtenidos a partir de un compuesto de hidroxilo aromático activo con alta selectividad se realiza preferiblemente utilizando una combinación de un compuesto hidroxilo aromático activo y un compuesto hidroxilo aromático inactivo. Además, si se seleccionan compuestos hidroxilo aromáticos para que el punto de ebullición convencional de los compuestos hidroxilo aromáticos activos sea el mayor en la composición de hidroxilo aromático, la concentración del compuesto hidroxilo aromático activo aumenta en la fase líquida en la que la reacción de formación del éster del ácido carbámico N-sustituido tiene lugar principalmente, haciendo de este modo posible formar un éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido a partir del compuesto hidroxilo aromático activo con mayor selectividad. Un compuesto hidroxilo aromático inactivo que tiene un punto de ebullición convencional menor que el punto de ebullición convencional del compuesto hidroxilo aromático activo se introduce preferiblemente en el condensador en forma de un componente de fase gaseosa y se condensa en el condensador junto con el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico. En el caso de combinar compuestos hidroxilo aromático que tienen diferentes puntos de ebullición convencionales de esta manera, la diferencia en los puntos de ebullición convencionales entre el compuesto hidroxilo aromático presente principalmente en la fase líquida y el compuesto hidroxilo aromático condensado en el condensador junto con el compuesto que tiene grupos carbonilo obtenidos a partir del derivado de ácido carbónico es preferiblemente 5 °C o más y más preferiblemente 10 °C o más. En particular, es eficaz combinar compuestos hidroxilo aromático para que el punto de ebullición convencional del compuesto hidroxilo aromático activo sea preferiblemente 5 °C o más grande y más preferiblemente 10 °C o más grande que el punto de ebullición convencional del compuesto hidroxilo aromático de baja actividad.

La FIG. 9 muestra un dibujo conceptual de un método de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido que utiliza una composición de hidroxilo aromático que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilo aromático como se ha descrito anteriormente (en el presente documento, en beneficio de la simplicidad de la explicación, se describe una composición de hidroxilo aromático que contiene dos tipos de compuestos hidroxilo aromático que contiene un compuesto hidroxilo aromático activo y un compuesto hidroxilo aromático inactivo).

En el caso de utilizar una composición de hidroxilo aromático que contiene una pluralidad de tipos de compuestos hidroxilo aromático de esta manera, la cantidad del compuesto hidroxilo aromático con respecto a la cantidad de compuesto hidroxilo aromático inactivo en la composición de hidroxilo aromático en términos de proporción estequiométrica es preferiblemente de 0,01 a 100 veces, más preferiblemente de 0,05 a 20 veces e incluso más preferiblemente de 0,1 a 10 veces.

<Etapa (Y): Etapa de Transesterificación>

Aunque un éster del ácido carbámico N-sustituido producido de acuerdo con el método anterior (etapa (A) y/o etapa (a) y etapa (b)) se utiliza preferiblemente para producir isocianato mediante descomposición térmica del éster del ácido carbámico N-sustituido, un éster del ácido carbámico N-sustituido utilizado preferiblemente en la producción del isocianato es un -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Esto se debe a que un -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido permite que la reacción de descomposición térmica suceda con mayor facilidad que un -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido, y demuestra una mayor tendencia a facilitar la disolución del isocianato correspondiente y compuesto hidroxilo aromático.

Aunque el éster del ácido carbámico N-sustituido obtenido en el método de producción descrito anteriormente puede utilizarse para producir -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido o producir -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido dependiendo del tipo de composición de hidroxilo utilizada, en caso de obtener -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido de acuerdo con el método de producción mencionado anteriormente, el -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido se convierte en un -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que se descompone térmicamente más fácilmente de acuerdo con la siguiente etapa (Y), seguido de utilización en una reacción de isocianato. Además, puesto que esta etapa es una etapa de convertir el grupo éster de -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido, esta etapa también se denomina "etapa de transesterificación" en la presente realización.

Etapa (Y): una etapa en la que -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido se hace reaccionar con un compuesto hidroxilo aromático para producir -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que tiene un grupo éster obtenido a partir del compuesto hidroxilo aromático.

Además, se forma un alcohol que se obtiene a partir del -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido en la etapa (Y). Lo siguiente proporciona una explicación de la etapa (Y).

Aquí, el sujeto -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido se refiere a un -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (92) mencionada anteriormente, un mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (120) que se describirá más adelante, o un poli(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (130) que se describe más adelante.

Cualquiera de los compuestos hidroxilo aromático representados por la fórmula (46), (55), (56), (67), (70) o (79) mencionada anteriormente puede utilizarse para el compuesto hidroxilo aromático reaccionado. Además, el compuesto hidroxilo aromático puede utilizarse solo o puede utilizarse una pluralidad de tipos en combinación.

La Etapa (Y) puede realizarse utilizando diversos métodos correspondientes a los compuestos utilizados con referencia a métodos conocidos (tales como el documento WO 2008/059953).

Aunque variando de acuerdo con los compuestos reaccionados, las condiciones de reacción de la etapa (Y) son tales que el compuesto hidroxí aromático se utiliza en base a los grupos éster que componen el material de partida -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido a una proporción estequiométrica dentro de un intervalo de 2 a 1000. Aunque el compuesto hidroxí aromático está preferiblemente en exceso en base a los grupos éster que componen el material de partida -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido para completar la reacción más rápidamente, en consideración del tamaño del reactor, la proporción estequiométrica de lo mismo está preferiblemente dentro de un intervalo de 2 a 100 veces y más preferiblemente dentro de un intervalo de 5 a 50 veces.

La temperatura de reacción está generalmente dentro de un intervalo de 100 a 300 °C, y aunque una alta temperatura es preferible para aumentar la velocidad de reacción, puesto que existen casos en que los suceden fácilmente reacciones secundarias a altas temperaturas, la temperatura de reacción está preferiblemente dentro de un intervalo de 150 a 250 °C. Puede instalarse un aparato de refrigeración o aparato de calentamiento conocido en el reactor para mantener una temperatura de la reacción constante. Además, aunque variando de acuerdo con los tipos de compuestos utilizados y la temperatura de reacción, la reacción puede realizarse a presión reducida, presión normal o presión aumentada y normalmente a una presión de reacción dentro de un intervalo de 20 a 1 x 10⁶ Pa. No existen limitaciones particulares sobre el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de un método continuo), y es generalmente de 0,001 a 100 horas, preferiblemente de 0,01 a 50 horas y más preferiblemente de 0,1 a 30 horas. Además, la reacción puede terminarse después de confirmar que se ha formado una cantidad deseada del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido diana muestreando el líquido de reacción y determinando la cantidad formada por cromatografía líquida, por ejemplo.

Aunque no se requiere necesariamente un catalizador en la etapa (Y), puede utilizarse un catalizador sin problema para disminuir la temperatura de reacción o completar la reacción más rápidamente. El catalizador se utiliza del 0,01 a 30 % en peso y preferiblemente del 0,5 a 20 % en peso basado en el peso del -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido. Los ejemplos de catalizadores pueden incluir ácidos de Lewis, así como compuestos de metal de transición que forman un ácido de Lewis, compuestos de estaño orgánico, metales del grupo del cobre, compuestos metálicos del grupo del cinc o hierro, y más específicamente, ácidos de Lewis y compuestos de metal de transición que forman un ácido de Lewis representado por la AlX₃, TiX₃, TiX₄, VOX₃, VX₅, ZnX₂, FeX₃ o SnX₄ (en los que X representa un halógeno, un grupo acetoxi, un grupo alcoxi o un grupo ariloxi); compuestos de estaño orgánicos representados por (CH₃)₃SnOCOCH₃, (C₂H₅)₃SnOCOC₆H₅, Bu₃SnOCOCH₃, Ph₃SnOCOCH₃, Bu₂Sn(OCOCH₃)₂, Bu₂Sn(OCOC₁₁H₂₃)₂, Ph₃SnOCH₃, (C₂H₅)₃SnOPh, Bu₂Sn(OCH₃)₂, Bu₂Sn(OC₂H₅)₂, Bu₂Sn(OPh)₂, Ph₂Sn(CH₃)₂, (C₂H₅)₃SnOH, PhSnOH, Bu₂SnO, (C₈H₁₇)₂SnO, Bu₂SnCl₂ o BuSnO(OH); compuestos metálicos de la familia del cobre representados por CuCl, CuCl₂, CuBr, CuBr₂, CuI, CuI₂, Cu(OAc)₂, Cu(acac)₂, olefinato de cobre, Bu₂Cu, (CH₃O)₂Cu, AgNO₃, AgBr, picrato de plata o AgC₆H₆ClO₄; compuestos de cinc representados por Zn(acac)₂; y, compuestos metálicos de la familia del hierro representados por Fe(C₁₀H₈)(CO)₅, Fe(CO)₅, Fe(C₄H₆)(CO)₃, Co(mesitileno)₂(PET₂Ph₂), CoC₅F₅(CO)₇ o ferroceno. (En la lista anterior de ejemplos, Bu se refiere a un grupo butilo, Ph se refiere a un grupo fenilo y acac se refiere a un ligando de quelato de acetil acetona). Aminas, tales como 1,4-diazabicyclo[2,2,2]octano, trietilendiamina o trietilamina son adecuadas para su uso como catalizadores, mientras que catalizadores de metal orgánico, tales como dilaurato de dibutilestaño, octoato ferroso y octoato estannoso son particularmente preferibles. Estos compuestos pueden utilizarse solos o pueden usarse dos o más tipos en forma de una mezcla.

Aunque no se requiere necesariamente el uso de un disolvente de reacción en la presente realización, puede utilizarse preferiblemente un disolvente inerte adecuado como disolvente de reacción para el propósito de facilitar el procedimiento de reacción y similares, los ejemplos de los cuales 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), etilbenceno, diisopropil benceno (incluyendo isómeros), dibutil benceno (incluyendo isómeros) o naftaleno; 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 hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenil metano, terfenilo, antraceno o dibencil tolueno (incluyendo isómeros); hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; 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 pueden utilizarse solos o pueden utilizarse dos o más tipos en forma de una mezcla.

La reacción de transesterificación en la presente realización es una reacción de equilibrio. Por lo tanto, es preferible permitir que la reacción tenga lugar mientras se retira un producto en forma de alcohol (alcohol obtenido a partir del material de partida -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido) del sistema de reacción para realizar eficazmente la transesterificación. Por lo tanto, si el compuesto hidroxí aromático se selecciona para que el punto de ebullición convencional del compuesto hidroxí aromático utilizado en la transesterificación sea mayor que el punto de ebullición convencional del alcohol obtenido a partir del material de partida -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido, el compuesto que tiene el punto de ebullición convencional más bajo en el sistema de reacción se vuelve el alcohol

obtenido a partir del material de partida -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido, facilitando de este modo la retirada de productos desde el sistema de reacción.

Además, la transesterificación se realiza preferiblemente por un método continuo para permitir que la transesterificación tenga lugar eficientemente. Concretamente, el material de partida -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido y el compuesto hidroxí aromático se suministran continuamente a un reactor, se realiza la transesterificación, el alcohol obtenido a partir del material de partida -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido que se forma se extrae del reactor, y un líquido de reacción que contiene el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido formado y el compuesto hidroxí aromático se extrae continuamente desde la parte inferior del reactor.

Aunque el material del reactor y las líneas utilizadas para realizar la transesterificación pueden ser materiales conocidos a condición de que no tengan un efecto perjudicial sobre las sustancias de partida y reactivos, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y pueden utilizarse preferiblemente. No existen limitaciones particulares sobre tipo de reactor, y puede utilizarse un reactor de tipo tanque o un reactor de tipo columna conocido. Diversos métodos conocidos se utilizan para tal reactor, los ejemplos de los cuales pueden incluir tipos que utilizan reactores que contienen un tanque de agitación, un tanque de agitación multietapa, una columna de destilación, una columna de destilación multietapa, un reactor multitubular, una columna de destilación multietapa continua, una columna empaquetada, 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 tipos que utilizan combinaciones de los mismos. Los métodos que utilizan un evaporador de película fina o un reactor de tipo columna son preferibles desde el punto de vista de desplazar eficazmente el equilibrio hacia el sitio 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 alcohol obtenido a partir del material de partida -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido a la fase gaseosa.

Una columna de destilación multietapa se refiere a una columna de destilación que tiene múltiples etapas en la que el número de placas de destilación teóricas es 2 o más, y puede utilizarse cualquier columna de destilación multietapa a condición de que permita una destilación columna. Puede utilizarse cualquier columna de destilación multietapa para la columna de destilación multietapa a condición de que se use habitualmente como una columna de destilación multietapa, los ejemplos de la cual pueden incluir tipos de columnas de bandeja que utilizan una bandeja, tal como una bandeja de burbuja, una bandeja de placa porosa, una bandeja de válvula o una bandeja de contracorriente, y tipos de columna empaquetada con diversos tipos de materiales de empaquetado, 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, Helipack, una envoltura Sulzer o Mellapak. Cualquier columna empaquetada puede utilizarse a condición de que la columna esté empaquetada con un material de empaquetado conocido como se ha descrito anteriormente. Además, una combinación de tipos de columna de bandeja-empaquetadas también puede utilizarse preferiblemente, que combina una porción de bandeja empaquetada con un material de empaquetado.

Una línea para suministrar gas inerte y/o disolvente inerte líquido desde la porción inferior del reactor puede acoplarse por separado, y en caso de que la mezcla del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y compuesto hidroxí aromático contenga material de partida -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido, puede acoplarse una línea para recircular toda o una porción de la mezcla al reactor. Además, en caso de utilizar el disolvente inerte mencionado anteriormente, el disolvente inerte puede estar en forma de un gas y/o un líquido.

El componente gaseoso extraído desde que reactor que contiene alcohol obtenido a partir del material de partida -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido se purifica preferiblemente usando un método conocido, tal como el que utiliza una columna de destilación, y puede reutilizarse como un alcohol de la etapa (A) y/o etapa (a) y/o etapa (b) y/o etapa (c).

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

<Etapa (Z): Uso de Amoniaco Recuperado para Síntesis de Urea>

En la presente realización, aunque el amoniaco descargado desde el condensador en la etapa (A), etapa (a) y/o etapa (b) y/o etapa (c) mencionadas anteriormente puede convertirse en amoniaco acuoso absorbiendo agua y se utiliza en la producción de refrigerante de refrigerador de absorción, detergentes basados en aceite para tejidos de lana, coagulantes de caucho en bruto y diversos tipos de sales de amoniaco, el tratamiento de óxidos de nitrógeno (NOx) generados en las plantas de generación de energía térmica y similares, o la producción de emulsiones fotográficas, o puede convertirse en amoniaco líquido por un método, tal como separación criogénica y utilizarse para materiales de partida de fertilizante de nitrógeno, materiales de partida de fibras sintéticas (tales como caprolactama o acrilonitrilo), tratamiento de óxido de nitrógeno (NOx) generados por plantas de generación de energía térmica, o refrigerantes de refrigeración, se utiliza preferiblemente en la síntesis de urea. Lo siguiente proporciona una explicación de esta etapa de síntesis de urea (denominada etapa (Z)).

Puede emplearse un método conocido convencionalmente para producir urea haciendo reaccionar amoníaco y dióxido de carbono, un ejemplo de cual comprende hacer reaccionar amoníaco y dióxido de carbono a una presión dentro de un intervalo de 20 a 40 MPa y una temperatura dentro de un intervalo de 190 a 200 °C de manera que la proporción de amoníaco con respecto a dióxido de carbono esté dentro de un intervalo de una proporción estequiométrica de 3 a 5.

La urea producida por tal método puede utilizarse en la reacción de la etapa (a) o utilizarse como la urea de la etapa (c).

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

<Etapa (F): Producción de Isocianato mediante Reacción de Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido>

Lo siguiente proporciona una explicación de la etapa (F).

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

El -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se suministra a un reactor de descomposición térmica (un "reactor de descomposición térmica" como se hace referencia en el presente documento indica el reactor en que se realiza la etapa (F)) en forma de una composición para transferir y almacenar -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido como se ha explicado previamente. Como un resultado de suministrar el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma de la composición para transferencia y almacenamiento, no solo pueden inhibirse las reacciones de desnaturalización térmica del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, sino que también puede potenciarse el rendimiento de isocianato.

La temperatura de reacción está generalmente dentro de un intervalo de 100 a 300 °C, y aunque una alta temperatura es preferible para aumentar la velocidad de reacción, puesto que existen casos en los que suceden fácilmente reacciones secundarias como se ha descrito previamente a altas temperaturas debido al -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y/o isocianato, la temperatura de reacción está preferiblemente dentro de un intervalo de 150 a 250 °C. Puede instalarse un aparato de refrigeración o aparato de calentamiento conocido en el reactor para mantener una temperatura de la reacción constante. Además, aunque variando de acuerdo con los tipos de compuestos utilizados y la temperatura de reacción, la reacción puede realizarse a presión reducida, presión normal o presión aumentada y normalmente a una presión de reacción dentro de un intervalo de 20 a 1×10^6 Pa. No existen limitaciones particulares sobre el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de un método continuo), y es generalmente de 0,001 a 100 horas, preferiblemente de 0,005 a 50 horas y más preferiblemente de 0,01 a 10 horas.

Aunque no hay necesariamente un catalizador en la presente realización, puede utilizarse un catalizador sin problema para disminuir la temperatura de reacción o completar la reacción más rápidamente. El catalizador se utiliza del 0,01 a 30 % en peso y preferiblemente del 0,5 a 20 % en peso basado en el peso del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Los ejemplos de catalizadores pueden incluir ácidos de Lewis, así como compuestos de metal de transición que forman un ácido de Lewis, metales del grupo del cobre, compuestos metálicos del grupo del cinc o hierro, y más específicamente, ácidos de Lewis y compuestos de metal de transición que forman un ácido de Lewis representado por la AlX_3 , TiX_3 , TiX_4 , VOX_3 , VX_5 , ZnX_2 , FeX_3 o SnX_4 (en los que X representa un halógeno, un grupo acetoxi, un grupo alcoxi o un grupo ariloxi); compuestos de estaño orgánicos representados por $(CH_3)_3SnOCHCH_3$, $(C_2H_5)_3SnOCOC_6H_5$, $Bu_3SnOCOC_6H_5$, $Ph_3SnOCOC_6H_5$, $Bu_2Sn(OCOC_6H_5)_2$, $Bu_2Sn(OCOC_6H_5)(C_2H_5)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)_2$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(C_2H_5)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(C_6H_5)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(C_6H_4)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(C_6H_3)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(C_6H_2)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(C_6H)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(H)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OH)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OCH_3)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_2H_5)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_3H_7)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_4H_9)$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_6H_{13})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_8H_{17})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{10}H_{21})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{12}H_{25})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{14}H_{29})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{16}H_{33})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{18}H_{37})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{20}H_{41})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{22}H_{45})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{24}H_{49})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{26}H_{53})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{28}H_{57})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{30}H_{61})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{32}H_{65})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{34}H_{69})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{36}H_{73})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{38}H_{77})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{40}H_{81})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{42}H_{85})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{44}H_{89})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{46}H_{93})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{48}H_{97})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{50}H_{101})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{52}H_{105})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{54}H_{109})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{56}H_{113})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{58}H_{117})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{60}H_{121})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{62}H_{125})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{64}H_{129})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{66}H_{133})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{68}H_{137})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{70}H_{141})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{72}H_{145})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{74}H_{149})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{76}H_{153})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{78}H_{157})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{80}H_{161})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{82}H_{165})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{84}H_{169})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{86}H_{173})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{88}H_{177})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{90}H_{181})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{92}H_{185})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{94}H_{189})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{96}H_{193})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{98}H_{197})$, $Ph_2Sn(OCOC_6H_5)(OC_{100}H_{201})$; compuestos de cobre representados por $CuCl$, $CuCl_2$, $CuBr$, $CuBr_2$, CuI , CuI_2 , $Cu(OAc)_2$, $Cu(acac)_2$, olefinato de cobre, Bu_2Cu , $(CH_3O)_2Cu$, $AgNO_3$, $AgBr$, picrato de plata o $AgC_6H_6ClO_4$; compuestos de cinc representados por $Zn(acac)_2$; y, compuestos metálicos de la familia del hierro representados por $Fe(C_{10}H_8)(CO)_5$, $Fe(CO)_5$, $Fe(C_4H_6)(CO)_3$, $Co(mesitileno)_2(PEt_2Ph)_2$, $CoC_5F_5(CO)_7$ o ferroceno. (En la lista anterior de ejemplos, Bu se refiere a un grupo butilo, Ph se refiere a un grupo fenilo y acac se refiere a un ligando de quelato de acetil acetona). Aminas, tales como 1,4-diazabicyclo[2,2,2]octano, trietilendiamina o trietilamina son adecuadas para su uso como catalizadores, mientras que catalizadores de metal orgánico, tales como dilaurato de dibutilestaño, octoato ferroso y octoato estannoso son particularmente preferibles. Estos compuestos pueden utilizarse solos o pueden usarse dos o más tipos en forma de una mezcla.

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

Aunque no se requiere necesariamente el uso de un disolvente de reacción distinto del compuesto hidroxilo aromático en la etapa (F), puede utilizarse preferiblemente un disolvente inerte adecuado como disolvente de reacción para el propósito de facilitar el procedimiento de reacción y similares, los ejemplos de los cuales pueden incluir alcanos, tales

5 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), etilbenceno, diisopropil benceno (incluyendo isómeros), dibutil benceno (incluyendo isómeros) o naftaleno; compuestos aromáticos sustituidos con un
 10 grupo halógeno o nitro, tales como clorobenceno, diclorobenceno (incluyendo isómeros), bromobenceno, dibromobenceno (incluyendo isómeros), cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno o nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenil metano, terfenilo, antraceno o dibencil tolueno (incluyendo isómeros); hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano o etilciclohexano; cetonas, tales como metil etil cetona o acetofenona; ésteres, tales como dibutil ftalato, dihexil ftalato, dioctil ftalato o
 15 bencilbutil ftalato; éteres y tioéteres, tales como difenil éter o difenil sulfuro; sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido o difenilsulfóxido; y aceites de silicona. Estos disolventes pueden utilizarse solos o pueden utilizarse dos o más tipos en forma de una mezcla.

15 En el caso de haber almacenado -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a alta temperatura durante un largo periodo de tiempo, existen casos en los que suceden reacciones secundarias tales como una reacción por la que se forman compuestos que contienen enlace de urea mediante una reacción de descarboxilación de éster de dos moléculas de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, o una reacción por la que se forman grupos alofanato mediante una reacción con isocianato formado mediante descomposición térmica del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. Por lo tanto, la cantidad de tiempo durante la que el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y el
 20 isocianato se mantienen a alta temperatura es preferiblemente tan baja como sea posible. Por lo tanto, la reacción de descomposición térmica se realiza preferiblemente en forma de un método continuo. Un método continuo se refiere a un método en el que una mezcla que contiene el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se suministra continuamente a un reactor donde se somete a una reacción de descomposición térmica, y el isocianato y compuesto hidroxil aromático formados se extraen continuamente desde el reactor de descomposición térmica. En este método
 25 continuo, los componentes de bajo punto de ebullición formados mediante descomposición térmica de uretano se recuperan preferiblemente desde la parte superior del reactor de descomposición térmica en forma de componentes de fase gaseosa, mientras que el resto se recupera desde la parte inferior del reactor de descomposición térmica en forma de componentes de fase líquida. Aunque todos los compuestos presentes en el reactor de descomposición térmica pueden recuperarse como componentes de fase gaseosa, la presencia de componentes de fase líquida en el
 30 reactor de descomposición térmica tiene el efecto de disolver sustancias poliméricas formadas por reacciones secundarias provocadas por el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y/o isocianato, previniendo de este modo la adhesión y solidificación de las sustancias poliméricas en el reactor de descomposición térmica. Aunque se forman isocianato y compuesto hidroxil aromático mediante descomposición térmica de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, al menos uno de estos compuestos se recupera en forma de un componente de fase gaseosa. Que dicho
 35 compuesto se recupere como un componente de fase gaseosa depende de factores tales como las condiciones de la reacción de descomposición térmica.

40 Aquí, aunque la expresión "componente de bajo punto de ebullición formado mediante descomposición térmica de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido" utilizada en la presente realización es equivalente al compuesto hidroxil aromático y/o isocianato formados mediante descomposición térmica del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, particularmente se refiere a un compuesto que es capaz de estar presente como un gas en las condiciones en las que se realiza la reacción de descomposición térmica.

45 Por ejemplo, puede emplearse un método en el que el isocianato y compuesto hidroxil aromático formados por la reacción de descomposición térmica pueden recuperarse en forma de componentes de fase gaseosa, mientras se recupera un componente de fase líquida que contiene -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. En este método, el isocianato y el compuesto hidroxil aromático pueden recuperarse por separado en el reactor de descomposición térmica. El componente de fase gaseosa recuperado que contiene isocianato se suministra preferiblemente a un
 50 aparato de destilación para separar y purificar el isocianato en la fase gaseosa. Aunque el componente de fase gaseosa recuperado que contiene isocianato puede suministrarse a un aparato de destilación después de convertirse en una fase líquida con un condensador y similares, existen muchos casos en los que el aparato se vuelve complejo y la cantidad de energía utilizada se hace grande, haciendo de este modo esto indeseable. En el caso de que el componente de fase líquida contenga -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, todo o una porción del componente de fase líquida se suministra a la parte superior del reactor de descomposición térmica donde el -O-Ar éster del ácido
 55 carbámico N-sustituido se somete de nuevo a una reacción de descomposición térmica. La parte superior del reactor de descomposición térmica como se hace referencia en el presente documento indica la parte de dos o más etapas anteriores en la parte inferior de la columna en términos del número de placas teóricas en el caso del reactor de descomposición térmica que es una columna de destilación, mientras que en el caso de que el reactor de descomposición térmica sea un destilador de película fina, indica la porción por encima de la porción superficial de transferencia calentada. Cuando se suministra toda una porción del componente de fase líquida a la porción superior del reactor de descomposición térmica, el componente de fase líquida se transfiere mientras se mantiene a una temperatura preferiblemente de 50 a 180 °C, más preferiblemente de 70 a 170 °C e incluso más preferiblemente de 100 a 150 °C.

65 Además, puede emplearse un método en el que, por ejemplo, el isocianato y compuesto hidroxil aromático formados por la reacción de descomposición térmica se reconvierten en forma de componentes de fase gaseosa, mientras que

un componente de fase líquida que contiene -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se recupera desde la parte inferior del reactor de descomposición térmica. También en este método, el componente gaseoso recuperado que contiene isocianato se suministra preferiblemente a un aparato de destilación para separar y purificar el isocianato en la fase gaseosa. Por otro lado, todo o una porción del componente de fase líquida que contiene -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se suministra a la parte superior del reactor de descomposición térmica donde el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se somete de nuevo a una reacción de descomposición térmica. Cuando se suministra todos un una porción del componente de fase líquida a la porción superior del reactor de descomposición térmica, el componente de fase líquida se transfiere mientras se mantiene a una temperatura preferiblemente de 50 a 180 °C, más preferiblemente de 70 a 170 °C e incluso más preferiblemente de 100 a 150 °C.

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

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

En el caso de que el componente de fase líquida contenga -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, aunque todo o una porción del componente de fase líquida se suministra a la parte superior del reactor de descomposición térmica donde el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se somete de nuevo a una reacción de descomposición térmica, pueden acumularse subproductos poliméricos en el componente de fase líquida si se repite esta etapa. En este caso, todo o una porción del componente de fase líquida puede retirarse del sistema de reacción o mantenerse a una concentración fija para reducir la acumulación de subproductos poliméricos. Aunque el componente de fase líquida retirado del sistema de reacción contiene habitualmente un compuesto hidroxí aromático, el compuesto hidroxí aromático puede recuperarse desde el componente de fase líquida por un método, tal como destilación y reutilizarse en la etapa (A) y/o etapa (a) y/o etapa (b) y/o etapa (c) y/o etapa (Y).

El isocianato recuperado puede contener un compuesto hidroxí aromático y similares dependiendo de las condiciones de reacción, las condiciones en las que se recupera el isocianato, el aparato de reacción y similares. En tales casos, puede obtenerse una pureza deseada de isocianato realizando adicionalmente destilación u otro procedimiento.

El isocianato producido de esta manera contiene preferiblemente de 1 a 1000 ppm de compuesto hidroxí aromático presente junto con isocianato en el reactor de descomposición térmica basado en la cantidad de isocianato.

En general, aunque el isocianato tiene la propiedad de amarillarse fácilmente, un compuesto hidroxí aromático, y particularmente 2,6-(di-*tert*-butil)-*p*-cresol (BHT), que tiene sustituyentes que tienen una acción de impedimento estérico en ambas posiciones orto de un grupo hidroxí aromático, se añade habitualmente como un aditivo. Los estabilizadores convencionales están en forma de una composición de isocianato como resultado de añadirse tras la producción de isocianato. Los inventores de la presente invención descubrieron que ajustando las condiciones en las que se recupera el isocianato, condiciones de reacción, aparato de reacción y similares durante la producción de isocianato utilizando el método descrito anteriormente, un isocianato que contiene un compuesto hidroxí aromático, y particularmente un compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula (56) mencionada anteriormente, junto con isocianato en el reactor de descomposición térmica en una cantidad dentro del intervalo mencionado anteriormente es eficaz en la prevención de la coloración en particular. En el pasado, los compuestos hidroxí aromáticos que tienen sustituyentes que tienen una acción de impedimento estérico en ambas posiciones orto del grupo hidroxí aromático se consideraron que eran eficaces como estabilizantes, y por tanto es sorprendente que un compuesto hidroxí aromático formado en la etapa de producción de isocianato de la presente realización (un compuesto hidroxí aromático que no tiene sustituyentes que tienen acción de impedimento estérico en ambas posiciones orto del grupo hidroxí aromático como se representa por la fórmula (56) mencionada anteriormente) demuestra tal efecto. Además, también es sorprendente que existen muchos casos en los que tal efecto no se obtiene simplemente añadiendo un compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula (56) mencionada anteriormente a un isocianato.

Aunque no existen limitaciones particulares sobre el tipo del reactor de descomposición térmica, se utiliza preferiblemente un aparato de destilación conocido para recuperar eficazmente componentes de fase gaseosa. Diversos métodos conocidos se utilizan para tal recipiente de reacción, los ejemplos de los cuales pueden incluir tipos que utilizan recipientes de reacción que contienen una columna de destilación, una columna de destilación multietapa, un reactor multitubular, una columna de destilación multietapa continua, una columna empaquetada, un evaporador de película fina, un reactor provisto de un soporte interior, un reactor de circulación forzada, un evaporador de película descendente o un evaporador de goteo descendente, y tipos que utilizan combinaciones de los mismos. Desde el punto de vista de retirar rápidamente los componentes de bajo punto de ebullición desde el sistema de reacción, es preferible un método que utiliza un reactor tubular, mientras que es más preferible un método que utiliza un reactor, tal como un evaporador de película fina tubular o evaporador de película descendente tubular, y es preferible una estructura que tenga un gran área de contacto de gas-líquido por ser capaz de transferir rápidamente los componentes de bajo punto de ebullición formados a la fase gaseosa.

Aunque puede utilizarse un material conocido para el material del reactor de descomposición térmica y líneas a condición de que no tenga un efecto perjudicial sobre el uretano o productos en forma del compuesto hidroxil aromático e isocianato, SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y pueden utilizarse preferiblemente.

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

La FIG. 12 muestra un dibujo conceptual que representa la etapa (F) y la reutilización de un compuesto hidroxil aromático formado en la etapa (F).

<Limpieza del Reactor>

Existen casos en los que pueden formarse productos poliméricos de reacción secundaria, aunque en cantidades mínimas, en la producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y la producción de isocianato utilizando -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización. Puesto que estos productos poliméricos de reacción secundaria tienen una alta solubilidad con respecto a compuestos hidroxil aromático utilizados en la presente realización, estos se retiran del reactor en forma de una solución de los compuestos hidroxil aromático. Sin embargo, en casos de fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento del aparato de reacción o casos de funcionamiento a largo plazo, los productos poliméricos de reacción secundaria pueden adherirse al reactor.

En tales casos, el interior (y particularmente las paredes internas) del reactor pueden limpiarse con un ácido que es un buen disolvente de los productos de poliméricos de reacción secundaria para mantener limpio el interior del reactor.

No existen limitaciones particulares sobre el ácido de limpieza a condición de que disuelva los productos poliméricos de reacción secundaria, y aunque pueden utilizarse tanto ácidos orgánicos como ácidos inorgánicos, se utilizan preferiblemente ácidos orgánicos. Aunque los ejemplos de ácidos orgánicos que pueden utilizarse pueden incluir ácido carboxílico, ácido sulfónico, ácido sulfínico, fenoles, enoles, tiofenoles, imidas, oximas y sulfonamidas aromáticas, se utilizan preferiblemente ácido carboxílico y fenoles. Los ejemplos de tales compuestos pueden incluir compuestos de ácido monocarboxílico alifático saturado o insaturado, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido pivalico, 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 crótico, ácido isocrótico, ácido vinilacético, ácido metacrílico, ácido angélico, ácido tíglico, arilacetato 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 ácido tricarboxílico alifático saturados o insaturados, tales como ácido 1,2,3-propanotricarboxílico, ácido 1,2,3-propenotricarboxílico o ácido 2,3-dimetilbutano-1,2,3-tricarboxílico; compuestos de ácido carboxílico 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 ácido dicarboxílico aromáticos, tales como ácido ftálico, ácidos isoftálico, ácido tereftálico o ácido metilsoftálico; compuestos de ácido tricarboxílico aromáticos, tales como ácido hemimellítico, ácido trimellítico o ácido trimésico; fenol; fenoles mono-sustituídos, tales como metil fenol (incluyendo isómeros), etil fenol (incluyendo isómeros), propil fenol (incluyendo isómeros), butil fenol (incluyendo isómeros), pentil fenol (incluyendo isómeros), hexil fenol (incluyendo isómeros), heptil fenol (incluyendo isómeros), octil fenol (incluyendo isómeros), nonil fenol (incluyendo isómeros), decil fenol (incluyendo isómeros), dodecil fenol (incluyendo isómeros), fenilo fenol (incluyendo isómeros), fenoxifenol (incluyendo isómeros) o cumil fenol (incluyendo isómeros); y fenoles di-sustituídos, tales como dimetil fenol (incluyendo isómeros), dietil fenol (incluyendo isómeros), dipropil fenol (incluyendo isómeros), dibutil fenol (incluyendo isómeros), dipentil fenol (incluyendo isómeros), dihexil fenol (incluyendo isómeros), diheptil fenol (incluyendo isómeros), dioctil fenol (incluyendo isómeros), dinonil fenol

(incluyendo isómeros), didecil fenol (incluyendo isómeros), didodecil fenol (incluyendo isómeros), difenilo fenol (incluyendo isómeros), difenoxifenol (incluyendo isómeros) o dicumil fenol (incluyendo isómeros). En consideración de los efectos en el caso de limpiar el disolvente restante después de limpiar el reactor de descomposición térmica, los ejemplos más preferible de estos ácidos orgánicos pueden incluir compuestos hidroxí aromático, mientras que los ejemplos incluso más preferibles pueden incluir compuestos de los mismos tipos que los compuestos hidroxí aromático formados en el método de producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y/o reacción de descomposición térmica de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización.

Además, en caso de utilizar un compuesto hidroxí aromático para el ácido de limpieza, el punto de ebullición convencional del compuesto hidroxí aromático tiene preferiblemente una diferencia en el punto de ebullición de 10 °C o más del punto de ebullición convencional del isocianato formado por la reacción de descomposición térmica de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido descrita anteriormente desde el punto de vista de los efectos de limpieza.

Pueden utilizarse diversos métodos para limpiar el reactor utilizando el disolvente de limpieza mencionado anteriormente, los ejemplos de los mismos pueden incluir un método en el que el reactor se limpia introduciendo el disolvente de limpieza desde la parte superior del reactor, y un método en el que el interior del reactor se limpia introduciendo el agente de limpieza en la parte inferior del reactor y después hirviendo el reactivo de limpieza a través del reactor.

No es necesario realizar el procedimiento de limpieza cada vez que se realiza la reacción, sino que puede determinarse arbitrariamente basándose en los compuestos utilizados, la velocidad de funcionamiento y similares, y el procedimiento de limpieza se realiza preferiblemente una vez cada 1 a 20000 horas de tiempo de funcionamiento, más preferiblemente de una vez al día a un año de tiempo de funcionamiento, e incluso más preferiblemente de una vez al mes a un año de tiempo de funcionamiento. El reactor puede equiparse con una línea para introducir el agente de limpieza.

<Ejemplo de Aspectos Preferibles>

Lo anterior ha proporcionado una explicación de un método de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido, una composición para transferir y almacenar éster del ácido carbámico N-sustituido y un método de producción de isocianato usando el éster de ácido carbámico N-sustituido. Como se ha indicado previamente, el método de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido puede realizarse diversamente combinando las etapas mencionadas anteriormente de diversas maneras. Lo siguiente proporciona una explicación de aspectos particularmente preferibles de estas diversas combinaciones. Además, el método de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido, la composición para transferir y almacenar éster del ácido carbámico N-sustituido y el método de producción de isocianato usando el éster del ácido carbámico N-sustituido no se limitan a los métodos explicados aquí.

<Aspecto Preferible (I)>

En primer lugar se indica un aspecto preferible (I) en forma de un método para producir isocianato utilizando urea como un derivado de ácido carbónico, utilizando una composición de hidroxí aromático que contiene un compuesto hidroxí aromático activo y un compuesto hidroxí aromático de baja actividad (que tiene un punto de ebullición convencional inferior al punto de ebullición convencional del compuesto hidroxí aromático activo), y produciendo isocianato a partir de una amina orgánica, la urea y la composición de hidroxí aromático pasando a través de un -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. La FIG. 13 muestra un dibujo conceptual que representa el aspecto preferible (I).

En primer lugar, en la etapa (A), la amina orgánica, urea y la composición de hidroxí aromático se hacen reaccionar para obtener -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. En la etapa (A), una mezcla de la amina orgánica, urea y la composición de hidroxí aromático se hace reaccionar introduciéndolos en un reactor de producción de uretano para realizar la reacción de la etapa (A). El amoniaco formado como subproducto de esta reacción se introduce en un condensador provisto en el reactor de producción de uretano junto con urea sin reaccionar o en exceso, el compuesto hidroxí aromático de baja actividad (que también puede contener el compuesto hidroxí aromático activo) y similares, la urea y el compuesto hidroxí aromático de baja actividad (que puede contener el compuesto hidroxí aromático activo) y similares, se condensan en el condensador, y el amoniaco se extrae en forma de gas. La urea y el compuesto hidroxí aromático de baja actividad (que puede contener el compuesto hidroxí aromático activo) condensados en el condensador se reutilizan como materiales de partida para realizar la etapa (A). Por otro lado, el amoniaco extraído en forma de gas se utiliza en la etapa (Z), y la urea producida en la etapa (Z) se reutiliza como material de partida para realizar la etapa (A). Una mezcla que contiene -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y la composición de hidroxí aromático se recupera del reactor de producción de uretano en forma de un componente de fase líquida. La mezcla puede ser una composición para transferir y almacenar -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización dependiendo de los materiales de partida utilizados, proporciones de materiales compuestos de los materiales de partida, condiciones de reacción y similares.

La etapa (F) posterior se realiza utilizando la mezcla obtenida en la etapa (A). La etapa (F) es una etapa de producción de un isocianato correspondiente y un compuesto hidroxil aromático mediante una reacción de descomposición térmica de éster del ácido carbámico N-sustituido, y se obtiene isocianato en esta etapa (F). En la etapa (F), el compuesto hidroxil aromático separado del isocianato se reutiliza como un material de partida para realizar la etapa (A).

5

<Aspecto Preferible (II)>

A continuación, un aspecto preferible (II) se indica en forma de un método para producir isocianato produciendo un éster del ácido carbámico a partir de una composición de hidroxil aromático que contiene un compuesto hidroxil aromático activo y un compuesto hidroxil aromático de baja actividad (que tiene un punto de ebullición convencional inferior al punto de ebullición convencional del compuesto hidroxil aromático activo) y urea, usando el éster del ácido carbámico como un derivado de ácido carbónico y produciendo isocianato a partir de una amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxil aromático pasando a través de un -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. La FIG. 14 muestra un dibujo conceptual que representa el aspecto preferible (II).

15

En primer lugar, en la etapa (c), se hacen reaccionar urea y una composición de hidroxil aromático para producir un éster del ácido carbámico no N-sustituido. El amoníaco formado como un subproducto de la reacción de la urea y la composición de hidroxil aromático se utiliza en la etapa (Z). Si se utiliza un gran exceso de la composición de hidroxil aromático en la etapa (c), el líquido de reacción obtenido en la etapa (c) es una mezcla que contiene la composición de hidroxil aromático y un éster del ácido carbámico (que también puede contener urea sin reaccionar), y este puede usarse según está en la reacción de la etapa (a). Lo siguiente indica un ejemplo del caso de haber utilizado un gran exceso de la composición de hidroxil aromático en la etapa (c).

20

En la etapa (a), el éster del ácido carbámico obtenido en la etapa (c) se hace reaccionar con una amina orgánica para obtener un compuesto que tiene grupos ureido. En caso de utilizarse un gran exceso de composición de hidroxil aromático basado en la urea en la etapa (c) para obtener una mezcla que contiene una composición de hidroxil aromático y éster del ácido carbámico como el líquido de reacción de la etapa (c) (que también puede contener urea sin reaccionar), la etapa (a) puede realizarse un método que comprende añadir amina orgánica al líquido de reacción, y se obtiene un líquido de reacción que contiene el compuesto que tiene grupos ureido, la composición de hidroxil aromático y éster del ácido carbámico sin reaccionar.

25

30

A continuación, el líquido de reacción obtenido en la etapa (a) se introduce en un reactor de producción de uretano para realizar la etapa (b), y el compuesto que tiene grupos ureido y la composición de hidroxil aromático se dejan reaccionar. El amoníaco formado como un subproducto de esta reacción se introduce en un condensador provisto en el reactor de producción de uretano junto con éster del ácido carbámico sin reaccionar o en exceso, el compuesto hidroxil aromático de baja actividad (que puede contener el compuesto hidroxil aromático activo) y similares, el éster del ácido carbámico y el compuesto hidroxil aromático de baja actividad (que puede contener el compuesto hidroxil aromático activo) y similares, se condensan en el condensador, y el amoníaco se extrae en forma de gas. El éster del ácido carbámico y el compuesto hidroxil aromático de baja actividad (que puede contener el compuesto hidroxil aromático activo) y similares condensados en el condensador se reutilizan como materiales de partida para realizar la etapa (c). Por otro lado, el amoníaco extraído en forma de un gas se utiliza en la etapa (Z) junto con el amoníaco obtenido en la etapa (c). La urea producida en la etapa (Z) se reutiliza como un material de partida para realizar la etapa (c). Una mezcla compuesta de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y la composición de hidroxil aromático se recupera del reactor de producción de uretano en forma de un componente de fase líquida. Esta mezcla puede ser la composición para transferir y almacenar -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización dependiendo de los materiales de partida utilizados, las proporciones de materiales compuestos de los materiales de partida, las condiciones de reacción y similares.

35

40

45

La etapa (F) posterior se realiza utilizando la mezcla obtenida en la etapa (b). La etapa (F) es una etapa de producción de un isocianato correspondiente y un compuesto hidroxil aromático mediante una reacción de descomposición térmica de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, y se obtiene isocianato en la etapa (F). El compuesto hidroxil aromático separado del isocianato en la etapa (F) se reutiliza como un material de partida para realizar la etapa (c).

50

<Aspecto Preferible (III)>

55

A continuación, se indica un aspecto preferible (III) en forma de un método para producir isocianato a partir de una composición de hidroxil compuesta de un alcohol, urea y amina orgánica pasando a través de -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido y -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. La FIG. 15 muestra un dibujo conceptual que representa el aspecto preferible (III).

60

En primer lugar, en la etapa (A) una amina orgánica, urea y una composición de hidroxil que contiene un alcohol se introducen en un reactor de producción de uretano para realizar la reacción de la etapa (a) para producir -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido. El amoníaco formado como un subproducto de la reacción se introduce en un condensador provisto en el reactor de producción de uretano junto con urea sin reaccionar o en exceso, alcohol y similares, la urea, alcohol y similares se condensan en el condensador, y el amoníaco se extrae en forma de un gas. La urea, alcohol y similares condensados en el condensador se reutilizan como materiales de partida de la etapa (A).

65

Por otro lado, el amoniaco extraído en forma de gas se utiliza en la etapa (Z). La urea producida en la etapa (Z) se reutiliza como material de partida de la etapa (A). Una mezcla que contiene -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido y alcohol se obtiene a partir del reactor de producción de uretano. Una composición de hidroxí aromático se añade a la mezcla y se utiliza como líquido de material de partida de la etapa (Y).

5 En la Etapa (Y), se hacen reaccionar -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido y una composición de hidroxí aromático para producir -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. El alcohol formado en la reacción se separa del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y se recupera junto con el alcohol contenido en el líquido de material de partida de la etapa (Y), y después se reutilizan como materiales de partida de la etapa (A). El otro producto en forma
10 del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se recupera en forma de una mezcla con la composición de hidroxí aromático. Esta mezcla puede ser una composición para transferir y almacenar -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido dependiendo de los materiales de partida utilizados, proporciones de materiales compuestos de los materiales de partida, condiciones de reacción y similares.

15 La etapa (F) posterior se realiza utilizando la mezcla obtenida en la etapa (Y). La etapa (F) es una etapa de producción de un isocianato correspondiente y un compuesto hidroxí aromático mediante una reacción de descomposición térmica de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, y se obtiene isocianato en la etapa (F). En la etapa (F), el compuesto hidroxí aromático separado del isocianato se reutiliza como un material de partida de la etapa (A).

20 <Aspecto Preferible (IV)>

A continuación, se indica un aspecto preferible (IV) en forma de un método para producir isocianato produciendo éster del ácido carbámico a partir de una composición de hidroxí que contiene alcohol y urea, usando el éster del ácido carbámico como un derivado de ácido carbónico, y produciendo el isocianato a partir de una amina orgánica, el
25 derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxí aromático pasando a través de un compuesto que tiene grupos ureido y -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. La FIG. 16 muestra un dibujo conceptual que representa el aspecto preferible (IV).

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

En la etapa (a), el éster del ácido carbámico obtenido en la etapa (c) se hace reaccionar con una amina orgánica para obtener un compuesto que tiene grupos ureido. En caso de utilizarse un gran exceso de composición de hidroxí basada en la urea en la etapa (c) para obtener una mezcla que contiene hidroxí de composición y éster del ácido carbámico como el líquido de reacción de la etapa (c) (que también puede contener urea sin reaccionar), la etapa (a) puede
40 realizarse un método que comprende añadir amina orgánica al líquido de reacción, y se obtiene un líquido de reacción que contiene el compuesto que tiene grupos ureido, alcohol y éster del ácido carbámico sin reaccionar y similares.

A continuación, se añade un compuesto hidroxí aromático (preferiblemente un compuesto hidroxí aromático activo que tiene un punto de ebullición convencional mayor que el punto de ebullición convencional del alcohol) al líquido de
45 reacción obtenido en la etapa (a) para obtener una mezcla, esta mezcla se introduce en un reactor de producción de uretano para realizar la etapa (b), y el compuesto que tiene grupos ureido y el compuesto hidroxí aromático se dejan reaccionar. El amoniaco formado como un subproducto de esta reacción se introduce en un condensador provisto en el reactor de producción de uretano junto con éster del ácido carbámico sin reaccionar o en exceso, composición de hidroxí que contiene alcohol (que puede contener un compuesto hidroxí aromático) y similares, el éster del ácido carbámico y el compuesto hidroxí que contiene alcohol (que puede contener un compuesto hidroxí aromático) y similares se condensan en el condensador, y el amoniaco se extrae en forma de gas. El éster del ácido carbámico y el compuesto hidroxí que contiene alcohol y similares condensados en el condensador se reutilizan como materiales de partida de la etapa (c). Por otro lado, el amoniaco extraído en forma de un gas se utiliza en la etapa (Z) junto con el amoniaco obtenido en la etapa (c). La urea producida en la etapa (Z) se reutiliza como un material de partida de la
50 etapa (c). Una mezcla que contiene -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido y compuesto hidroxí aromático se recupera del reactor de producción de uretano en forma de un componente de fase líquida. Esta mezcla puede ser la composición para transferir y almacenar -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización dependiendo de los materiales de partida utilizados, las proporciones de materiales compuestos de los materiales de partida, las condiciones de reacción y similares.

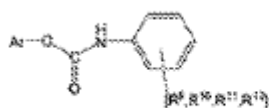
60 La etapa (F) posterior se realiza utilizando la mezcla obtenida en la etapa (b). La etapa (F) es una etapa de producción de un isocianato correspondiente y un compuesto hidroxí aromático mediante una reacción de descomposición térmica de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, y se obtiene isocianato en la etapa (F). El compuesto hidroxí aromático separado del isocianato en la etapa (F) se reutiliza como un compuesto hidroxí aromático añadido al líquido de reacción obtenido en la etapa (a).
65

<Caso de Utilización de Monoamina Orgánica>

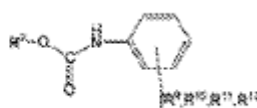
<Etapa (X): Condensación de Mono(-O-(Ar y / o R²) Éster) Ácido Carbámico N-sustituido>

5 Lo siguiente proporciona una explicación del caso de utilizar una monoamina orgánica representada por la fórmula (39) mencionada anteriormente para la amina orgánica en particular. Un mono(-O-(Ar y/o R²) éster) del ácido carbámico N-sustituido se refiere a un mono-O-aril éster del ácido carbámico N-sustituido y/o un -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido, y representa respectivamente un -O-éster del ácido carbámico N-sustituido que tiene un solo grupo -O-arilo éster del ácido carbámico y/o un solo grupo de -O-R² éster del ácido carbámico en una molécula del mismo.

15 La etapa (A) mencionada anteriormente o las etapas (a) y (b) mencionadas anteriormente puede realizarse utilizando una monoamina orgánica representada por la fórmula (39) de la misma manera que otras aminas orgánicas. En caso de que un compuesto hidroxí que compone la composición de hidroxí utilizada en la reacción con la monoamina orgánica sea un compuesto hidroxí aromático, se produce un mono(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (127), mientras que en el caso de que un compuesto hidroxí que compone la composición de hidroxí sea un compuesto hidroxí aromático, se produce un mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (128):



(127)



(128)

20

(en la que

25 los grupos R⁹ a R¹² respectivamente e independientemente pueden sustituir el anillo aromático, los grupos R⁹ a R¹² pueden enlazarse para formar un anillo junto con el anillo aromático, y respectivamente e independientemente representan átomos de hidrógeno o grupos compuestos de grupos en los que un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo o un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está enlazado mediante enlaces de hidrocarburo saturado y/o enlaces de éter,

30 R² representa un grupo obtenido a partir de un alcohol que es un residuo en el que se ha retirado un solo grupo hidroxí enlazado a un átomo de carbono saturado del alcohol desde el alcohol, y

Ar representa un grupo obtenido a partir de un compuesto hidroxí aromático que es un residuo en el que un solo grupo hidroxí enlazado a un anillo aromático del compuesto hidroxí aromático se ha retirado del compuesto hidroxí aromático).

35 Además, aunque aquí se ha utilizado a expresión "mono(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido", esto se refiere a un -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que tiene un solo grupo éster del ácido carbámico de entre los -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido. En la explicación posterior, aunque existen casos en los que se utiliza la expresión "poli(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido" además de la expresión "mono(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido", esto se refiere a un -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que tiene un número entero de grupos éster del ácido carbámico de 2 o más de entre los -O-Ar ésteres de ácido carbámico N-sustituido.

40 La expresión "mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido" se refiere de un modo similar a un -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido que tiene un solo grupo de éster del ácido carbámico, mientras que la expresión "poli(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido" se refiere a un -O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido que tiene un número entero de grupos de éster del ácido carbámico de 2 o más de entre los -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido.

45 Además, un mono(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido y un mono(-O-R² éster) del ácido N-sustituido pueden denominarse colectivamente simplemente como un monoéster del ácido carbámico N-sustituido. De forma análoga, un poli(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido y un poli(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido pueden denominarse colectivamente simplemente como un poliéster del ácido carbámico N-sustituido.

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

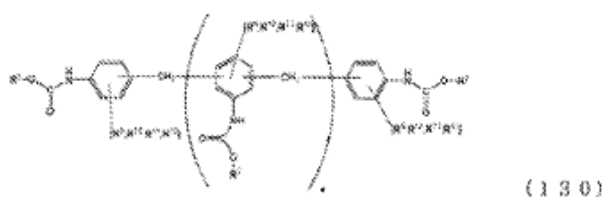
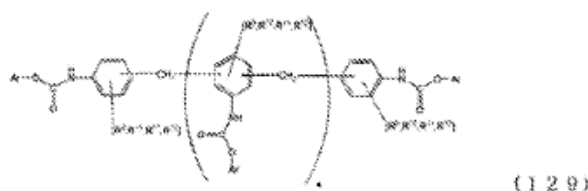
60

La siguiente etapa (X) puede realizarse como un método para polimerizar el monoéster del ácido carbámico N-sustituido:

5 Etapa (X): el monoéster del ácido carbámico N-sustituido se hace reaccionar con un agente de metilación, y los grupos aromáticos obtenidos a partir de una monoamina orgánica contenida en el monoéster del ácido carbámico N-sustituido se reticulan con grupos metileno (-CH₂-) para obtener poliéster del ácido carbámico N-sustituido.

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

10 La etapa (X) puede realizarse de la misma manera si el monoéster del ácido carbámico N-sustituido es un mono(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido o un mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido. Un poli(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (129) se obtiene a partir de un mono(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (127) mencionada anteriormente, mientras
 15 un poli(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (130) se obtiene a partir de un mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (128) mencionada anteriormente.



20 (en la que

25 los grupos R⁹ a R¹² respectivamente e independientemente pueden sustituir el anillo aromático, los grupos R⁹ a R¹² pueden enlazarse para formar un anillo junto con el anillo aromático, y respectivamente e independientemente representan átomos de hidrógeno o grupos compuestos de grupos en los que un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo o un grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está enlazado mediante enlaces de hidrocarburo saturado y/o enlaces de éter,

30 R² representa un grupo obtenido a partir de un alcohol que es un residuo en el que se ha retirado un solo grupo hidroxil enlazado a un átomo de carbono saturado del alcohol desde el alcohol,

Ar representa un grupo obtenido a partir de un compuesto hidroxil aromático que es un residuo en el que se ha retirado un solo grupo hidroxil enlazado a un anillo aromático del compuesto hidroxil aromático desde el compuesto hidroxil aromático, y

35 e representa 0 o un número entero positivo).

Lo siguiente proporciona una explicación de la etapa (X).

La etapa (X) puede realizarse por un método conocido (referido a, por ejemplo, la Patente de la República Federal de Alemania N.º 1042891).

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

50 En la realización de la reacción de la etapa (X), aunque no existen limitaciones particulares sobre la proporción de monoéster del ácido carbámico N-sustituido con respecto al agente de metilación, el monoéster del ácido carbámico

N-sustituido se utiliza preferiblemente a una proporción estequiométrica de 2 a 20 veces el agente de metilación. Aunque la formación de formas polinucleares (referidas a monoésteres del ácido carbámico N-sustituidos en los que tres o más anillos aromáticos están enlazados mediante una estructura reticulada de metileno, o en otras palabras, compuestos en los que e es un número entero de 1 o más en las fórmula (129) y (130) mencionadas anteriormente) se inhibe cuanto mayor es la cantidad de monoéster del ácido carbámico N-sustituido utilizado, si se utiliza una cantidad demasiado excesiva de monoéster del ácido carbámico N-sustituido, existen muchos casos en los que aumenta la cantidad restante de material de partida monoéster del ácido carbámico N-sustituido. Por lo tanto, la cantidad de monoéster del ácido carbámico N-sustituido utilizada en términos de la proporción estequiométrica con el agente de metilación está más preferiblemente dentro de un intervalo de 3 a 15 veces e incluso más preferiblemente dentro de un intervalo de 5 a 10 veces.

Preferiblemente se utiliza un catalizador de ácido como catalizador en la reacción de condensación. Los ejemplos de catalizadores de ácido pueden incluir ácidos inorgánicos, tales como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico o ácido borónico, y ácidos orgánicos, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido oxálico o ácido toluenosulfónico. Además, los ácidos denominados ácidos súper fuertes, tales como ácido bromhídrico, ácido perclórico, ácido clorosulfónico o ácido trifluorometanosulfónico también son eficaces. Además, resinas de intercambio iónico que tienen grupos ácidos, tales como grupos o grupos sulfonato, así como ácidos denominados ácidos de Lewis, tales como ácido trifluorobórico, cloruro de hierro, cloruro de aluminio, cloruro de cinc o cloruro de titanio, también son eficaces.

En el caso de un ácido protónico, tal como los ácidos inorgánicos, ácidos orgánicos o ácidos súper fuertes mencionados anteriormente, la cantidad de estos ácidos utilizada está dentro de un intervalo de proporción estequiométrica de 0,001 a 10, y preferiblemente dentro de un intervalo de 0,01 a 5, en base al material de partida monoéster del ácido carbámico N-sustituido. Además, en caso de utilizarse estos ácidos en forma de soluciones acuosas, estos pueden utilizarse a una concentración dentro de un intervalo de 10 a 95 % en peso y preferiblemente dentro de un intervalo de 20 a 80 % en peso en base a la cantidad de agua en el sistema de reacción. Si la concentración es inferior al 10 % en peso, la velocidad de reacción de la reacción de condensación se vuelve extremadamente lenta, mientras que si la concentración excede el 95 % en peso, puede suceder la hidrólisis del material de partida y otras reacciones secundarias indeseables.

La reacción de condensación puede realizarse en presencia o ausencia de disolvente.

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

Estos disolventes pueden utilizarse a una proporción en peso dentro de un intervalo de 0,1 a 100 veces y preferiblemente dentro de un intervalo de 0,2 a 50 veces basado en el material de partida monoéster del ácido carbámico N-sustituido.

El monoéster del ácido carbámico N-sustituido utilizado en la etapa (X) es un monoéster del ácido carbámico N-sustituido obtenido por los métodos de la etapa (A) y/o etapas (a) y (b) usando una monoamina orgánica. En cualquiera de estos métodos, existen muchos casos en los que el monoéster del ácido carbámico N-sustituido se obtiene en forma de un líquido de reacción de la etapa (A) y/o etapa (b). Puesto que una composición de hidroxil utilizada en la etapa (A) y/o etapa (b), y un catalizador y disolvente reacción dependiendo del caso, están contenidos en el líquido de reacción, en caso de añadir un agente de metalación, catalizador o disolvente de reacción utilizado en la etapa (X), pueden suceder reacciones inesperadas, la solución puede experimentar separación de fases, el monoéster del ácido carbámico N-sustituido puede solidificarse, o puede hacerse difícil realizar la propia etapa (X). Por lo tanto, es preferible retirar toda o una porción de la composición de hidroxil utilizada en la etapa (A) y/o etapa (b) antes o después de añadir el agente de metilación, catalizador o disolvente de reacción utilizado en la etapa (X). Aunque la cantidad retirada es arbitraria y se determina en consideración de los compuestos utilizados y composición de los mismos, el compuesto hidroxil se retira a una proporción estequiométrica basada en el monoéster del ácido carbámico N-sustituido de 1 vez o menos y más preferiblemente 0,1 veces o menos. Puede utilizarse un método de retirada conocido para la retirada, los ejemplos del mismo pueden incluir separación destilativa y separación de membrana, y puede utilizarse preferiblemente separación destilativa.

La temperatura de reacción es preferiblemente de 10 a 160 °C, más preferiblemente de 20 a 140 °C e incluso más preferiblemente de 50 a 120 °C. Aunque la reacción se realiza ventajosamente a alta temperatura para aumentar la

velocidad de reacción y completar la reacción rápidamente, una temperatura excesivamente alta puede provocar reacciones secundarias indeseables, tales como hidrólisis.

Aunque variando de acuerdo con el método de reacción, compuestos utilizados y condiciones de reacción, el tiempo de reacción puede estar dentro de un intervalo de 1 minuto a 20 horas. Además, la reacción puede terminarse cuando la reducción en la cantidad de material de partida monoéster del ácido carbámico N-sustituido ha alcanzado un determinado nivel muestreando el líquido de reacción y utilizando un método analítico conocido, tal como cromatografía líquida, o la reacción puede terminarse cuando el peso molecular promedio del producto en forma de poliéster del ácido carbámico N-sustituido ha alcanzado un cierto nivel utilizando un método analítico conocido, tal como cromatografía de permeación en gel. No existen limitaciones particulares sobre el aparato de reacción utilizado cuando se realiza la reacción, y aunque puede utilizarse un reactor conocido, se utiliza preferiblemente un reactor de tipo tanque y/o de tipo columna equipado con un condensador.

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

No existen limitaciones particulares sobre el tipo de condensador provisto en el reactor y puede utilizarse un condensador conocido. Por ejemplo, pueden utilizarse y combinarse adecuadamente condensadores convencionalmente conocidos, tales como un condensador cilíndrico multitubular, un condensador de doble tubo, condensador de un solo tubo o un condensador refrigerado por aire. El condensador puede proporcionarse en el interior del reactor o proporcionarse fuera del reactor o puede estar conectado con el reactor mediante una línea, y pueden emplearse diversos tipos en consideración de las formas del reactor y condensador, la manera en la que se manipula el condensado y similares.

Puesto que se utiliza un ácido en la etapa (X), aunque se requiere precaución con respecto a los materiales del reactor y el condensador, no existen limitaciones particulares sobre los materiales a condición de que no provoquen problemas tales como corrosión atribuible a los compuestos utilizados en la etapa (X), y pueden utilizarse materiales conocidos. Los ejemplos de materiales que pueden utilizarse pueden incluir vidrio, acero inoxidable, acero al carbono, Hastelloy, materiales base recubiertos de vidrio y materiales recubiertos de Teflon (marca registrada). Pueden añadirse según sea necesario aparatos de proceso conocidos, tales como un medidor del flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un recalentador, una bomba o un condensador y similares, puede utilizarse un método conocido, tal como vapor o un calentador para calentar, y puede utilizarse para refrigeración un método conocido, tal como refrigeración de aire, refrigeración de agua o salmuera. También pueden añadirse etapas según sea necesario, y por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos capaces de ser concebidos por una persona o ingeniero con una habilidad habitual en la técnica.

El poliéster del ácido carbámico N-sustituido obtenido de acuerdo con el método mencionado anteriormente es un poli(-O-Ar-éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (129) mencionada anteriormente en el caso de que el monoéster del ácido carbámico N-sustituido sea mono(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (127) mencionada anteriormente, o es un poli(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (130) mencionada anteriormente en el caso de que el monoéster del ácido carbámico N-sustituido sea un mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (128) mencionada anteriormente. Entre estos poliésteres del ácido carbámico N-sustituido, aunque los compuestos en los que e es un número entero de 0 a 3 y preferiblemente 0 son preferibles en consideración de la facilidad de manipulación y viscosidad de la solución en particular, la presencia de formas hexanucleares y formas polinucleares más grandes (en concreto compuestos en los que e es 4 o más en las fórmulas (129) y (130) mencionadas anteriormente) no representa ningún problema siempre y cuando no se desvíen de la esencia de la presente realización.

Aunque se produce poliéster del ácido carbámico N-sustituido a partir de monoéster del ácido carbámico N-sustituido por la etapa (X) indicada previamente, en el caso de obtener el poli(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (130) en la etapa (X) (en concreto, en el caso de realizar la etapa (X) utilizando un mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (130)), realizar adicionalmente la etapa (Y) mencionada anteriormente después de la etapa (X) permite la conversión en un poli(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido preferible para la producción de isocianato, haciendo posible de este modo la producción de isocianato utilizando el poli(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido.

Cuando se realiza la etapa (Y) después de la etapa (X), el líquido de reacción obtenido en la etapa (X) contiene agente de metilación, catalizador, disolvente de reacción y similares sin reaccionar o en exceso además del poli(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido. En el caso de haber añadido un compuesto hidroxilo aromático utilizado en la etapa (Y) al líquido de reacción obtenido en la etapa (X) (y también hay casos en los que se añade catalizador o disolvente de reacción), pueden suceder reacciones inesperadas, la solución puede experimentar separación de fases, el poli(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido puede solidificarse, o puede hacerse difícil realizar la (Y) según está. En tales casos, todos o una porción de los compuestos mencionados anteriormente contenidos en el líquido de reacción de la etapa (X) se retiran antes o después de la adición de la composición de hidroxilo aromático, catalizador

o disolvente utilizado en la etapa (Y). La cantidad retirada es arbitraria y se determina en consideración de los compuestos utilizados y composición de los mismos. Puede utilizarse un método de retirada conocido para la retirada, los ejemplos del mismo pueden incluir separación destilativa y separación de membrana, y puede utilizarse preferiblemente separación destilativa.

5 La FIG. 18 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferible de un método para producir isocianato polifuncional a partir de mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido que combina las etapas (X), (Y) y (F).

10 Además, otro aspecto preferible de un método para producir isocianato polifuncional a partir de mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido es un método en el que después de convertir en primer lugar el mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido en un mono(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido con la etapa (Y), se realiza polimerización de acuerdo con la etapa (X) para obtener -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, y después se obtiene isocianato polifuncional mediante descomposición térmica del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la Etapa (F).

15 Similar a cuando se realiza la etapa (F) después de la etapa (X), el líquido de reacción obtenido en la etapa (X) contiene agente de metilación, catalizador o disolvente de reacción y similares sin reaccionar o en exceso además de poli(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido. Como se ha descrito previamente, cuando se suministra -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido a la etapa (F), se suministra preferiblemente a la etapa (F) en forma de una composición para transferir y almacenar -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido como se ha descrito previamente. Por lo tanto, aunque el compuesto hidroxí aromático utilizado en la etapa (F) se añade al líquido de reacción obtenido en la etapa (X) para obtener una mezcla, si esta mezcla se usa directamente en la etapa (F), pueden suceder reacciones inesperadas, la solución puede experimentar separación de fases, o el poli-O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido puede solidificarse. En tales casos, todos o una porción de los compuestos mencionados anteriormente contenidos en el líquido de reacción de la etapa (X) se retiran antes o después de la adición del compuesto hidroxí aromático, catalizador o disolvente utilizado en la etapa (F). La cantidad retirada es arbitraria y se determina en consideración de los compuestos utilizados y composición de los mismos. Puede utilizarse un método de retirada conocido para la retirada, los ejemplos del mismo pueden incluir separación destilativa y separación de membrana, y puede utilizarse preferiblemente separación destilativa. Naturalmente, el procedimiento descrito anteriormente no tiene que realizarse en caso de que el agente de metilación, catalizador o disolvente de reacción y similares sin reaccionar o en exceso contenidos en el líquido de reacción de la etapa (X) no tengan ningún efecto en la etapa (F).

20 La FIG. 19 muestra un dibujo conceptual que representa otro aspecto preferible de un método para producir isocianato polifuncional a partir de mono(-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido que combina las etapas (X), (Y) y (F).

25 Además, en el caso de obtener poli(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido realizando la etapa (X) utilizando mono(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido, puede obtenerse isocianato polifuncional mediante descomposición térmica del poli(-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido en la etapa (F). En este caso también, es preferible retirar todos o una porción de los compuestos mencionada anteriormente contenidos en el líquido de reacción de la etapa (X) antes o después de la adición del compuesto hidroxí aromático, catalizador o disolvente utilizado en la etapa (F) por las mismas reacciones que se han descrito anteriormente. La cantidad retirada es arbitraria y se determina en consideración de los compuestos utilizados y composición de los mismos. Puede utilizarse un método de retirada conocido para la retirada, los ejemplos del mismo pueden incluir separación destilativa y separación de membrana, y puede utilizarse preferiblemente separación destilativa.

30 La FIG. 20 muestra un dibujo conceptual que representa un aspecto preferible de un método para producir isocianato polifuncional a partir de mono (-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido.

35 Puesto que el método de producción de éster del ácido carbámico N-sustituido de la presente realización recupera y reutiliza eficazmente derivado del ácido carbónico y similares utilizados en exceso en la reacción, puede producirse éster del ácido carbámico N-sustituido sin perder unidades originales del derivado de ácido carbónico. Además, puesto que puede inhibirse la obstrucción de las líneas de descarga para amoniaco formado como un subproducto durante la producción de éster del ácido carbámico N-sustituido, es posible el funcionamiento durante un largo periodo de tiempo. Además, pueden usarse preferiblemente éster del ácido carbámico N-sustituido y la composición para transferir y almacenar el éster del ácido carbámico N-sustituido utilizados como materiales de partida para la producción de isocianato. Por lo tanto, la presente invención es extramente importante industrialmente.

Ejemplos

40 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>

65 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

5 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., Estados Unidos de América) y 0,05 g de patrón interno en forma de tetrametil estaño (reactivo garantizado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y se mezclaron hasta uniformidad para obtener soluciones utilizadas en muestras de análisis de RMN.

10 (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.

2) Cromatografía Líquida

15 Aparato: sistema LC-10AT, Shimadzu Corp., Japón
 Columna: columna Inertsil-ODS, GL Sciences Inc., Japón, dos columnas conectadas en serie
 Disolvente de desarrollo: Líquido mixto de solución acuosa 5 mmol/l de acetato amónico (solución A) y acetonitrilo (solución B)
 20 Caudal de disolvente de desarrollo: 2 ml/min
 Temperatura de la columna: 35 °C
 Detector: Detector I.R. (refractómetro) y detector PDA (detector de matriz de fotodiodos, intervalo de longitud de onda de medición: de 200 a 300 nm)

25 (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 1,1-dietil urea (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y mezclando hasta uniformidad para obtener soluciones utilizadas como muestras de análisis de cromatografía líquida.

30

(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.

35

3) Cromatografía de Gases

Aparato: GC-14B, Shimadzu Corp., Japón
 Columna: Porapack N, diámetro interno: 3 mm, longitud: 3 m, SUS
 Temperatura de la columna: 60 °C
 Temperatura del puerto de inyección: 120 °C
 Gas portador: Helio
 Caudal del gas portador: 40 ml/min
 45 Detector: TCD (detector de conductividad térmica)

40

(1) Muestras de Análisis de Cromatografía de Gases

Las muestras de gas capturadas en una bolsa Tedlar se recogieron e inyectaron con una jeringa hermética al gas.

50

(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.

55

4) Análisis de CG-EM

Aparato: Aparato que conecta GC17A y GCMS-QP5050A, Shimadzu Corp., Japón
 Columna: DB-1, Agilent Technologies Corp., Estados Unidos de América, longitud: 30 m, diámetro interno: 0,250 mm, espesor de película: 1,00 μm , Temperatura de columna: mantenida a 50 °C durante 5 minutos, seguido de aumento a una velocidad de 10 °C/min a 200 °C; mantenida a 200 °C durante 5 minutos, seguido de aumento a una velocidad de 10 °C/min a 300 °C
 Temperatura del puerto de inyección: 300 °C
 Temperatura de interfase: 300 °C

60

65

(1) Muestras de Análisis de CG-EM

Las muestras de gas capturadas en una bolsa Tedlar se recogieron e inyectaron con una jeringa hermética al gas.
(2) Análisis Cuantitativo

5 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. Además, el límite de detección inferior fue aproximadamente 1 ppm en términos de las concentraciones en las muestras.

10 En las siguientes descripciones, aunque se usa la expresión "compuesto que contiene N" y se hace mención con respecto a la cantidad de este compuesto que contiene N, la cantidad de compuesto que contiene N se refiere al total del número de moléculas de urea ($\text{H}_2\text{N}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}_2$) (V), el número de moléculas de éster del ácido carbámico (W), el número de moléculas de biurete ($\text{H}_2\text{N}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}_2$) (X) y el número total de grupos biurete terminales ($-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}_2$) de un compuesto que tiene grupos biurete terminales obtenidos a partir de una amina orgánica que se forma en una reacción entre una amina orgánica, derivado de ácido carbónico y composición de hidróxido aromático (Y), en concreto (V+W+X+Y), y se representa como la cantidad (múltiple) basada en el número de -O-Ar ésteres del ácido carbámico N-sustituido.

Además, en las siguientes descripciones, aunque se hace mención con respecto a la cantidad de "grupos carbonilo contenidos en compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en amoníaco", esta cantidad es una cantidad calculada de acuerdo con el procedimiento descrito más adelante.

20 i) el análisis de CG-EM se realiza de acuerdo con el método descrito anteriormente en un gas que contiene el amoníaco.
ii) se determina el número de grupos carbonilo contenidos en una molécula de compuestos detectados por CG-EM.
25 iii) La suma total (unidades: mmol) de los productos de la cantidad (unidades: mmol) de cada compuesto detectado por CG-EM y el número de grupos carbonilo contenidos en los compuestos se calcula, y esa suma total se toma para que sea la cantidad de "grupos carbonilo contenidos en compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en amoníaco". Por lo tanto, aunque la cantidad de grupos carbonilo contenidos en compuestos que tienen grupos carbonilo en una cantidad por debajo del límite de detección de CG-EM no se incluye en esta cantidad, puesto que la cantidad total de estos grupos carbonilo que no se incluyen es extremadamente baja, no existen problemas en absoluto en discutir la proporción en peso entre "grupos carbonilo contenidos en un compuesto que tiene grupos carbonilo contenidos en amoníaco" y el amoníaco en los ejemplares.

35 5) Análisis del Contenido de Agua en la Muestra

Aparato: Micro Water Content Analyzer Modelo CA-21, Mitsubishi Chemical Analytech Co., Ltd., Japón

40 (1) Análisis Cuantitativo

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

[Ejemplo 1]

45 Etapa (1-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

50 Se mezclaron 240 g de hexametilendiamina (Aldrich Corp., Estados Unidos), 8510 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y 496 g de urea (ultra pura, de Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) para preparar una solución de material de partida. Una columna empaquetada 102, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3) y que tiene un diámetro interno de 20 mm se calentó a 240 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 20 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de una línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,0 g/min y el líquido de reacción se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 mediante una línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde una línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en un condensador 103 mantenido a aproximadamente 85 °C, y el componente resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento 105 fue 4,69 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol a una proporción estequiométrica de 8,8 veces y bis(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0008 veces basada en N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster del ácido carbámico), y contenía 0,0023 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)ésteres del ácido carbámico), y contenía 8,0

ppm de amoniaco. Además, el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 92 %.

5 Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 286 g (4,77 mol) y el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol fue 4,25 kg (20,7 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,162 g (9,56 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0025 mmol.

Etapa (1-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

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

20 La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (1-1) fue 580 ppm. Se añadieron 225 g de hexametilendiamina, 5680 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 179 g de urea a la mezcla para obtener una solución de material de partida. Se recuperaron 6228 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105 utilizando la solución de material de partida y realizando el mismo método que la etapa (1-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 contenía ácido N,N'-hexanodiiil-dicarbámico-bis(4-t-octilfenilo) y el rendimiento de ácido N,N'-hexanodiiil-dicarbámico-bis(4-t-octilfenil) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 92 %.

25 Cuando se continuó realizando la etapa (1-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días. Además, el tiempo de funcionamiento al que se hace referencia aquí indica el tiempo neto total durante el cual se realizó la reacción de la etapa (1-1) usando el aparato descrito anteriormente, y no incluye la cantidad de tiempo durante el cual no se realizó la reacción, tal como la cantidad de tiempo durante el cual se realizaron preparaciones para hacer funcionar el aparato mencionado anteriormente.

Etapa (1-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

35 La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 26.

40 Un aparato de destilación de película fina 702 (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m² se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 se puso un tanque de almacenamiento 701 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1800 g/h mediante una línea 70. Un componente líquido se extrajo de una línea 72 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 702 y se recuperó en un tanque de almacenamiento 703. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 703 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 702 a través de una línea 73. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de hexametileno y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol se extrajo desde una línea 71 provista en la parte superior del aparato de destilación de película fina 702. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación 704, y el diisocianato de hexametileno y el 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol se separaron por destilación. Una porción de un componente de alto punto de ebullición que contenía el 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol se devolvió al tanque de almacenamiento 703 a través de una línea 76 provista en la parte inferior de la columna de destilación 704, una porción se suministró a la columna de destilación 704 a través de un recalentador 708, y el resto se recuperó un tanque de almacenamiento 709. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de hexametileno se extrajo desde la parte superior de la columna de destilación 704 mediante una línea 74, se condensó en un condensador 705 y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 704. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 83 g/h.

55 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 200 ppm de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol.

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

[Ejemplo 2]

65 Etapa (2-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de mezclar 255 g de 4,4'-metilenodianilina (Aldrich Corp., Estados Unidos de América), 5063 g de p-dodecil fenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y 193 g de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 20 kPa, manteniendo el condensador a aproximadamente 60 °C e introduciendo el condensado a la velocidad de aproximadamente 1,0 g/min. Se recuperaron 4564 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía p-dodecil fenol a una proporción estequiométrica de 11,5 veces y di(p-dodecilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0010 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,013 un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((p-dodecilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'- metanodiiil-difenil)-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenodianilina fue aproximadamente 92 %. Además, la cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 6,0 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de p-dodecil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 62,4 g (1,04 mol) y el contenido de p-dodecil fenol fue 861 g (3,28mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,16 g (9,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,015 mmol.

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

25 Etapa (2-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

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

30 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (2-1) fue 630 ppm. Se añadieron 260 g de 4,4'-metilenodianilina, 4300 g de p-dodecil fenol y 134 g de urea a la mezcla para obtener una solución de material de partida. Se recuperaron 4600 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105 utilizando la solución de material de partida y realizando el mismo método que la etapa (2-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 contenía N,N'-(4,4'- metanodiiil-difenil)-di((p-dodecilfenil)éster del ácido carbámico) y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((p-dodecilfenil)éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenodianilina fue aproximadamente 91 %.

40 Etapa (2-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 2 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 2250 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 82 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 4,4'-difenilmetano que contenía 100 ppm de p-dodecil fenol.

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

55 [Ejemplo 3]

Etapa (3-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de mezclar 220 g de 2,4-toluenodiamina (Aldrich Corp., Estados Unidos de América), 9274 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 541 g de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 52 kPa, manteniendo el condensador a 120 °C e introduciendo el condensado a la velocidad de aproximadamente 1,0 g/min. Se recuperaron 5512 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol a una proporción estequiométrica de 13,0 veces y bis(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,022 veces basada en tolueno-2,4-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,028 veces un compuesto que contiene N

basado en el número de tolueno-2,4-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 91 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 8,3 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 361 g (6,02 mol) y el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol fue 4173 g (20,3 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,134 g (7,9 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0237 mmol.

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

Etapa (3-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

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

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (3-1) fue 2100 ppm. Se añadieron 310 g de 2,4-toluenodiamina, 8895 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 400 g de urea a la mezcla para obtener una solución de material de partida. Se recuperaron 10624 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105 utilizando la solución de material de partida y realizando el mismo método que la etapa (2-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 contenía tolueno-2,4-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de tolueno-2,4-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 81 %.

[Ejemplo 4]

Etapa (4-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de mezclar 321 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (Aldrich Corp., Estados Unidos de América), 3518 g de 4-fenil fenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y 339 g de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 26 kPa, manteniendo el condensador a aproximadamente 150 °C e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,2 g/min. Se recuperaron 1971 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-fenil fenol a una proporción estequiométrica de 2,7 veces y di(4-fenilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0009 veces basada en (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y contenía 0,008 veces un compuesto que contiene N basado en número de (4-fenilfenil) ésteres del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. Además, se detectó (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 93 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 7,7 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 4-fenil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 143 g (2,39 mol) y el contenido de 4-fenil fenol fue 2111 g (12,4 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,36 g (21,2 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,263 mmol.

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

Etapa (4-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

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

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (4-1) fue 3200 ppm. Se añadieron 310 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 2451 g de 4-fenil fenol y 178 g de urea a la mezcla para obtener una solución de material de partida. Se recuperaron 2913 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105 utilizando la solución de material de partida y realizando el mismo método que la etapa

(2-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 contenía (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 74 %.

5 Etapa (4-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

10 Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 4 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 660 g/h.

15 Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 104 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 130 ppm de 4-fenil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

20 [Ejemplo 5]

Etapa (5-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

25 El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de mezclar 315 g de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) (Aldrich Corp., Estados Unidos de América), 7074 g de p-dodecil fenol y 216 g de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 26 kPa, manteniendo el condensador a aproximadamente 60 °C e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. Se recuperaron 6655 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía p-dodecil fenol a una proporción estequiométrica de 15,0 veces y di((p-dodecilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,016 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,008 un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((p-dodecilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'- metanodiiil-difenil)-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 93 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 6,9 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de p-dodecil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 60,3 g (1,00 mol) y el contenido de p-dodecil fenol fue 848 g (3,23 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,20 g (12,0 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,011 mmol.

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

Etapa (5-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

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

55 La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (5-1) fue 1910 ppm. Se añadieron 290 g de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina), 5663 g de p-dodecil fenol y 134 g de urea a la mezcla para obtener una solución de material de partida. Se recuperaron 2913 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105 utilizando la solución de material de partida y realizando el mismo método que la etapa (5-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) 3-((4-fenil-fenoxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico fue aproximadamente 93 %.

60 Etapa (5-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

65 La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 28.

Un aparato de destilación de película fina 802 (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m² se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 5 se puso un tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1690 g/h mediante una línea 80. Un componente líquido se extrajo de una línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en un tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 802 a través de una línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato difenilmetano y p-dodecil fenol se extrajo desde una línea 81 provista en la parte superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación 804, el p-dodecil fenol se separó por destilación y una fase líquida se alimentó a una columna de destilación 809 desde el punto de alimentación de la columna de alimentación 804 a través de una línea 88 provista en la porción inferior del mismo. En la columna de destilación 809, se extrajo un componente de fase de gas que contenía diisocianato de difenilmetano, se condensó en un condensador 810 y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 809. El condensado se obtuvo en un tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 85 g/h.

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

[Ejemplo 6]

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

Se cargaron 6298 g de 4-fenil fenol y 444 g de urea en un autoclave (Toyo Koatsu Inc., Japón) equipado con un termómetro, un agitador, un condensador de reflujo y un tubo de alimentación de gas y que tenía un volumen interno de 12 l, seguido de agitación a presión normal mientras se burbujeaba gas de nitrógeno con un tubo capilar a una velocidad de 100 l/h y realizando la reacción a 140 °C. Cuando una porción del líquido de reacción se retiró 10 horas después y se analizó por cromatografía líquida, se confirmó la formación de (4-fenilfenil) carbamato. El rendimiento fue aproximadamente 90 % basado en la cantidad cargada de urea.

Etapa (6-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se añadieron 215 g de hexametilendiamina a la solución obtenida en la etapa (6-1) seguido de agitación para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de utilizar esta solución de material de partida, calentando la columna preempacutada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 150 °C e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,0 g/min. Se recuperaron 2688 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-fenil fenol a una proporción estequiométrica de 6,1 veces y di(p-dodecilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0010 veces basada en N,N'-hexanodil-di((4-fenilfenil) éster de ácido carbámico), y contenía 0,044 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodil-di((4-fenilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 90 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 10 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 4-fenil fenol, urea y (4-fenilfenil) carbamato, el contenido de urea fue aproximadamente 31 g (0,52 mol), el contenido de (4-fenilfenil) carbamato fue 828 g (3,89 mol) y el contenido de 4-fenil fenol fue 2840 g (16,7 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,094 g (5,5 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,025 mmol.

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

Etapa (6-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (6-2) fue 5200 ppm. El mismo método que la etapa (6-1) se realizó añadiendo 5225 g de 4-fenil fenol y 170 g de urea a la mezcla. El mismo método que la etapa (6-2) se realizó añadiendo 210 g de hexametilendiamina al líquido de reacción resultante para obtener una solución de material de partida. Se recuperaron 4408 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. El líquido de reacción contenía N,N'-hexanodil-di((4-fenilfenil) éster del ácido

carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 63 %.

5 Etapa (6-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en la etapa (6-2) del Ejemplo 6 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1410 g/h. Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 84 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 130 ppm de 4-fenil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 7]

20 Etapa (7-1): Producción de (4-nonilfenil) Carbamato

El mismo método que la etapa (6-1) del Ejemplo 6 se realizó con la excepción de utilizar 11003 g de 4-nonil fenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) en lugar de 4-fenil fenol, utilizando 499 g de urea y realizando la reacción durante 15 horas. Cuando se retiró una porción del líquido de reacción y se analizó por cromatografía líquida, se confirmó la formación de (4-nonilfenil) carbamato. El rendimiento fue aproximadamente 85 % basado en la cantidad cargada de urea.

Etapa (7-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se añadieron 330 g de 4,4'-metilenodianilina a la solución obtenida en la etapa (7-1), seguido de agitación para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de utilizar esta solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 26 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. Se recuperaron 8078 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-nonil fenol a una proporción estequiométrica de 22,1 veces y di(4-nonilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0039 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,036 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di((4-nonilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenodianilina fue aproximadamente 85 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 7,3 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 4-nonil fenol, urea y (4-nonilfenil) carbamato, el contenido de urea fue aproximadamente 52 g (0,87 mol), el contenido de (4-nonilfenil) carbamato fue 1328 g (5,04 mol) y el contenido de 4-nonil fenol fue 1889 g (8,57 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,101 g (5,9 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 2,42 mmol.

50 Cuando se continuaron realizando las etapas (7-1) a (7-2), la línea 5 se obstruyó cuando el tiempo de funcionamiento excedió 220 días.

Etapa (7-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

55 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (7-2) fue 2200 ppm. Cuando la mezcla se calentó a 120 °C y se mantuvo durante 3 horas a 50 kPa, la concentración de amoníaco en la mezcla fue 150 ppm. El mismo método que la etapa (7-1) se realizó añadiendo 9280 g de 4-nonil fenol y 152 g de urea a la mezcla. El mismo método que la etapa (7-2) se realizó añadiendo 335 g de 4,4'-metilenodianilina al líquido de reacción resultante para obtener una solución de material de partida. Se recuperaron 8125 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. El líquido de reacción contenía N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodil-difenil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenodianilina fue aproximadamente 88 %.

65 Etapa (7-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 28.

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 5 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 7 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 5, y suministrando al aparato de destilación de película fina mediante la línea 80 a la velocidad de aproximadamente 1910 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 75 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 220 ppm de 4-nonil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 8]

Etapa (8-1): Producción de (4-etilfenil) Carbamato

El mismo método que la etapa (6-1) del Ejemplo 6 se realizó con la excepción de utilizar 39,0 kg de 4-etil fenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) en lugar de 4-fenil fenol, utilizando 1057 g de urea y realizando la reacción durante 12 horas. Cuando se retiró una porción del líquido de reacción y se analizó por cromatografía líquida, se confirmó la formación de (4-etilfenil) carbamato. El rendimiento fue aproximadamente 88 % basado en la cantidad cargada de urea.

Etapa (8-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se añadieron 215 g de 2,4-toluenodiamina a la solución obtenida en la etapa (8-1), seguido de agitación para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de utilizar esta solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a presión atmosférica (atmósfera de nitrógeno), manteniendo el condensador a 60 °C e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 2,8 g/min. Se recuperaron 20,8 kg de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-etil fenol a una proporción estequiométrica de 105 veces y di(4-etilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0026 veces basada en tolueno-2,4-di((4-etilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,015 veces un compuesto que contiene N basado en el número de tolueno-2,4-di((4-etilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di((4-etilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 84 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 3,2 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 4-etil fenol, urea y (4-etilfenil) carbamato, el contenido de urea fue aproximadamente 88 g (1,48 mol), el contenido de (4-etilfenil) carbamato fue 2253 g (13,6 mol) y el contenido de 4-etil fenol fue 19,5 kg (159 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 105. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,0986 g (5,80 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0055 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (8-1) a (8-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (8-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (8-2) fue 80 ppm. El mismo método que la etapa (8-1) se realizó añadiendo 19,5 kg de 4-etil fenol y 237 g de urea a la mezcla. El mismo método que la etapa (8-2) se realizó añadiendo 215 g de 2,4-toluenodiamina al líquido de reacción resultante para obtener una solución de material de partida. Se recuperaron 2230 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. El líquido de reacción contenía tolueno-2,4-di((4-etilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de tolueno-2,4-di((4-etilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 85 %.

Etapa (8-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 5 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 8 en lugar del líquido

de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1, y suministrando al aparato de destilación de película fina mediante la línea 80 a la velocidad de aproximadamente 2580 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 19 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 20 ppm de 4-etil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 9]

Etapa (9-1): Producción de (p-heptilfenil) Carbamato

El mismo método que la etapa (6-1) del Ejemplo 6 se realizó con la excepción de utilizar 8040 g de p-heptil fenol en lugar de 4-fenil fenol, utilizando 378 g de urea y realizando la reacción durante 16 horas. Cuando se retiró una porción del líquido de reacción y se analizó por cromatografía líquida, se confirmó la formación de (p-pentilfenil) carbamato. El rendimiento fue aproximadamente 90 % basado en la cantidad cargada de urea.

Etapa (9-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se añadieron 356 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina a la solución obtenida en la etapa (9-1), seguido de agitación para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de utilizar esta solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,4 g/min. Se recuperaron 6134 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía p-heptil fenol a una proporción estequiométrica de 13,3 veces y di(p-heptilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,013 veces basada en (p-heptilfenil) éster del ácido 3-((p-heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y contenía 0,022 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (p-heptilfenil) ésteres del ácido 3-((p-heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. Además, el rendimiento de (p-heptilfenil) éster del ácido 3-((p-heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 90 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 4,9 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de p-heptil fenol, urea y (p-heptilfenil) carbamato, el contenido de urea fue aproximadamente 26,4 g (0,44 mol), el contenido de (p-heptilfenil) carbamato fue 575 g (2,45 mol) y el contenido de p-heptil fenol fue 1390 g (7,23 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 105. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,121 g (7,10 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,056 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (9-1) a (9-2), la línea 5 se obstruyó cuando el tiempo de funcionamiento excedió 380 días.

Etapa (9-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (9-2) fue 120 ppm. El mismo método que la etapa (9-1) se realizó añadiendo 6287 g de p-heptil fenol y 186 g de urea a la mezcla. El mismo método que la etapa (9-2) se realizó añadiendo 340 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina al líquido de reacción resultante para obtener una solución de material de partida. Se recuperaron 5850 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. El líquido de reacción contenía (p-heptilfenil) éster del ácido 3-((p-heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (p-heptilfenil) éster del ácido 3-((p-heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 89 %.

[Ejemplo 10]

Etapa (10-1): Producción de (2,6-dimetoxifenilfenil) Carbamato

El mismo método que la etapa (6-1) del Ejemplo 6 se realizó con la excepción de utilizar 6155 g de 2,6-dim etoxi fenol (Aldrich Corp., Estados Unidos) en lugar de 4-fenil fenol, utilizando 420 g de urea y realizando la reacción durante 13 horas. Cuando se retiró una porción del líquido de reacción y se analizó por cromatografía líquida, se confirmó la formación de (2,6-dimetoxifenil) carbamato. El rendimiento fue aproximadamente 81 % basado en la cantidad cargada de urea.

Etapa (10-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se añadieron 420 g de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) a la solución obtenida en la etapa (10-1), seguido de agitación para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de utilizar esta solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 26 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,4 g/min. Se recuperaron 2364 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 2,6-dimetoxi fenol a una proporción estequiométrica de 4,46 veces y di(2,6-dimetoxifenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0002 veces basada en N,N'-(4,4'- metanodiil-diciclohexil)-di((2,6-dimetoxifenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,081 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((2,6-dimetoxifenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((2,6-dimetoxifenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 86 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 9,3 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 2,6-dimetoxi fenol, urea y (2,6-dimetoxifenil) carbamato, el contenido de urea fue aproximadamente 56 g (0,93 mol), el contenido de (2,6-dimetoxifenil) carbamato fue 69 g (4,05 mol) y el contenido de 2,6-dimetoxi fenol fue 3539 g (23,0 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 105. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,149 g (8,81 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0078 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (10-1) a (10-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (10-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

El mismo método que la etapa (10-1) se realizó añadiendo 2616 g de 2,6-dimetoxi fenol y 177 g de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (10-2). El mismo método que la etapa (10-2) se realizó añadiendo 423 g de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) al líquido de reacción resultante para obtener una solución de material de partida. Se recuperaron 2328 g de un líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 105. El líquido de reacción contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-ciclohexil)-di((2,6-dimetoxifenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-ciclohexil)-di((2,6-dimetoxifenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 85 %.

Etapa (10-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 5 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 10 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 5, y suministrando al aparato de destilación de película fina mediante la línea 80 a la velocidad de aproximadamente 680 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 114 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de diciclohexilmetano que contenía 29 ppm de 2,6-dimetoxi fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 11]

Etapa (11-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de mezclar 273 g de hexametildiamina, 13766 g de 2,4-di-*terc*-amil fenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y 381 g de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a 26 kPa, ajustando la temperatura del condensador a 85 °C, e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,4 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 11599 g. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 2,4-di-*terc*-amil fenol a una proporción estequiométrica de 35,9 veces basada en N,N'-hexanodiil-di((2,4-di-*terc*-amilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0058 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodiil-di((2,4-di-*terc*-amilfenil) ésteres del ácido carbámico). La

cantidad de bis(2,4-di-*terc*-amilfenil) carbonato estaba por debajo del límite inferior de detección. Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((2,4-di-*terc*-amilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 53 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 4-*terc*-amil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 261 g (4,36 mol) y el contenido de 4-*terc*-amil fenol fue 2615 g (11,2 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,14 g (8,0 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,76 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (11-1), la línea 5 se obstruyó cuando el tiempo de funcionamiento había excedido 310 días.

15 Etapa (11-2): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, y suministrando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en la etapa (11-1) del Ejemplo 11 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1230 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 25 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isofozona que contenía 3 ppm de 4-fenil fenol. Aunque el diisocianato de hexametileno se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

30 [Ejemplo 12]

Etapa (12-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de mezclar 287 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 9013 g de 2,6-diisopropil fenol (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y 354 g de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 2393 g. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 2,6-diisopropil fenol a una proporción estequiométrica de 10,2 veces basada en (2,6-diisopropilfenil) éster del ácido 3-((2,6-diisopropilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y contenía 0,028 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (2,6-diisopropilfenil) ésteres del ácido 3-((2,6-diisopropilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. La cantidad de bis(2,6-diisopropilfenil) carbonato estaba por debajo del límite inferior de detección. Además, el rendimiento de (2,6-diisopropilfenil) éster del ácido 3-((2,6-diisopropilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 55 %. El líquido de reacción contenía 9,8 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 2,6-diisopropil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 293 g (4,88 mol) y el contenido de 2,6-diisopropil fenol fue 6940 g (38,9 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,17 g (9,7 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,008 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (12-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

60 [Ejemplo 13]

Etapa (13-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de mezclar 255 g de hexametildiamina, 14015 g de hidroquinona (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y 527 g de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la

presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 180 °C, e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 9757 g. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía hidroquinona a una proporción estequiométrica de 57,3 veces basada en N,N'-hexanodil-di((hidroxifenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,027 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodil-di((hidroxifenil) ésteres del ácido carbámico). No se detectó éster del ácido carbónico obtenido a partir de la hidroquinona. Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((hidroxifenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 63 %. El líquido de reacción contenía 7,9 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de hidroquinona y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 422 g (7,04 mol) y el contenido de hidroquinona fue 4905 g (44,6 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,20 g (11,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,489 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (13-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo 14]

Etapa (14-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de mezclar 210 g de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina), 11395 g de bisfenol A (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y 210 g de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 165 °C, e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 9520 g. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía bisfenol A a una proporción estequiométrica de 66,4 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodil-ciclohexil)-di((4-hidroxifenil-isopropil)fenil éster del ácido carbámico), y contenía 0,037 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodil-ciclohexil)-di((4-hidroxifenil-isopropil)fenil ésteres del ácido carbámico). No se detectó éster del ácido carbónico obtenido a partir del bisfenol A. Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodil-ciclohexil)-di((4-hidroxifenil-isopropil)fenil éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 58 %. El líquido de reacción contenía 4,9 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de bisfenol A y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 169,5 g (2,82 mol) y el contenido de bisfenol A fue 2280 g (10,0 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,10 g (5,9 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,057 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (14-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo 15]

Etapa (15-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó con un aparato como se muestra en la FIG. 22.

Se mezclaron 422 g de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina), 4942 g de 4-*terc*-amil fenol (Aldrich Corp., Estados Unidos) y 337 g de urea para preparar una solución de material de partida. Una columna empaquetada 202, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), que tiene un diámetro interno de 20 mm y que tiene una altura de 2000 mm se calentó a 240 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de una línea 20 provista en la porción superior de la columna empaquetada 202 (pero inferior al condensador provisto dentro de la columna empaquetada 202), y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min y el líquido de reacción se recuperó en un tanque de almacenamiento 204 mediante una línea 23 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 202. Un componente de fase gaseosa dentro de la columna empaquetada 202 se condensó en un condensador 203 mantenido a aproximadamente 100 °C, y el componente resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento 205 desde una línea 21. La cantidad de líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento 204 fue 3588 g. Cuando el líquido de reacción se analizó

por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-*terc*-amil fenol a una proporción estequiométrica de 7,9 veces y di(4-*terc*-amilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,013 veces basada en N,N'-(4,4'- metanodiiil-difenil)-di((4-*terc*-amilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,038 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-*terc*-amilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-*terc*-amilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 90 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 205, se descubrió que era una mezcla de 4-*terc*-amil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 142 g (2,37 mol) y el contenido de 4-*terc*-amil fenol fue 1977 g (12,0 mol). Además, un gas que contenía amoniaco descargado desde una línea 22 provista en la parte superior de la columna empaquetada 202 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,42 g (24,7 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,003 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (15-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (15-2): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 5 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 15 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 5 en el tanque de almacenamiento 801, y suministrando al aparato de destilación de película fina desde la línea 80 a la velocidad de aproximadamente 860 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 99 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de dicitclohexilmetano que contenía 30 ppm de 4-*terc*-amil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 16]

Etapa (16-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se mezclaron 445 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 5579 g de 4-*terc*-amil fenol y 502 g de urea para preparar una solución de material de partida. Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 15 con la excepción de calentar la columna empaquetada 202 a 240 °C, ajustando la presión interna a 13 kPa, manteniendo el condensador a 100 °C, e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 204 fue 4025 g. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-*terc*-amil fenol a una proporción estequiométrica de 6,39 veces y ácido di(4-*terc*-amilfenil) carbónico a una proporción estequiométrica de 0,011 veces basada en (4-*terc*-amilfenil) éster del ácido 3-((4-*terc*-amilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y contenía 0,040 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-*terc*-amilfenil) ésteres del ácido 3-((4-*terc*-amilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. Además, el rendimiento de (4-*terc*-amilfenil) éster del ácido 3-((4-*terc*-amilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 92 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 4,9 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 205, se descubrió que era una mezcla de 4-*terc*-amil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 236 g (3,94 mol) y el contenido de 4-*terc*-amil fenol fue 2231 g (13,6 mol). Además, un gas que contenía amoniaco descargado desde la línea 22 provista en la parte superior de la columna empaquetada 202 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,42 g (24,9 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,01 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (16-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (16-2): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 5 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 16 en lugar del líquido

de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 5 en el tanque de almacenamiento 801, y suministrando al aparato de destilación de película fina mediante la línea 80 a la velocidad de aproximadamente 910 g/h.

5 Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 106 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de dicitclohexilmetano que contenía 1100 ppm de 4-*terc*-amil fenol. Se observó decoloración cuando se almacenó isocianato durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno.

10 [Ejemplo 17]

Etapa (17-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

15 Se mezclaron 397 g de 4,4'-metilenodianilina, 8250 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 601 g de urea para preparar una solución de material de partida. Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 15 con la excepción de calentar la columna empaquetada 202 a 260 °C, ajustando la presión interna a 13 kPa, manteniendo el condensador a 90 °C, e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,3 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 204 fue 4025 g. Cuando el líquido de reacción se analizó por
20 cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol a una proporción estequiométrica de 12,2 veces y ácido di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbónico a una proporción estequiométrica de 0,0083 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbónico), y contenía 0,046 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el
25 rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenodianilina fue aproximadamente 91 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 205, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 402 g (6,70 mol) y el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol fue 2887 g (14,0 mol). Además, un gas que contenía amoníaco descargado desde la línea
30 22 provista en la parte superior de la columna empaquetada 202 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,24 g (14,2 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 5,68 mmol.

35 Cuando se continuó realizando la etapa (17-1), la línea 5 se obstruyó después de 202 días.

Etapa (17-2): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

40 Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 5 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 17 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 5 en el tanque de almacenamiento 801, y
45 suministrando al aparato de destilación de película fina mediante la línea 80 a la velocidad de aproximadamente 1480 g/h.

50 Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 92 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 40 ppm de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

55 [Ejemplo 18]

Etapa (18-1): Producción de (p-Heptilfenil) Carbamato

60 El mismo método que la etapa (6-1) del Ejemplo 6 se realizó con la excepción de utilizar 14629 g de p-heptil fenol en lugar de 4-fenil fenol, utilizando 959 g de urea y realizando la reacción durante 17 horas. Cuando se retiró una porción del líquido de reacción y se analizó por cromatografía líquida, se confirmó la formación de (p-heptilfenil) carbamato. El rendimiento fue aproximadamente 78 % basado en la cantidad cargada de urea.

Etapa (18-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

65 Se añadieron 442 g de hexametilendiamina a la solución obtenida en la etapa (18-1) seguido de agitación para obtener una solución de material de partida. Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 15 con la excepción de utilizar esta

solución de material de partida, calentando la columna empaquetada 202 a 220 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 10 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. Se recuperaron 8953 g de líquido de reacción en el tanque de almacenamiento 204. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía p-heptil fenol a una proporción estequiométrica de 10,9 veces y di(fenilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0076 veces basada en N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,310 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 86 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 9,7 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 205, se descubrió que era una mezcla de p-heptil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 147 g (2,46 mol) y el contenido de p-heptil fenol fue 4036 g (21,0 mol). Además, un gas que contenía amoniaco descargado desde la línea 22 provista en la parte superior del tanque de almacenamiento 205 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,12 g (7,3 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,66 mmol.

Quando se continuaron realizando las etapas (18-1) y (18-2), la línea 5 se obstruyó después de 298 días.

[Ejemplo 19]

Etapas (19-1): Producción de (p-Heptilfenil) Carbamato

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 23.

Un líquido mixto de 3,29 kg de urea y 54,2 kg de p-heptil fenol se cargó en un tanque de almacenamiento 401. Una columna empaquetada 302, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), que tiene un diámetro interno de 20 mm y que tiene una altura de 1500 mm se calentó a 150 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 50 kPa. La mezcla de urea y p-heptil fenol se alimentó desde el tanque de almacenamiento 401 a la columna empaquetada 302, y el líquido de reacción se recuperó en un tanque de almacenamiento 306 a través de una línea 32 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 302. Un componente de fase gaseosa se introdujo en un condensador 303 a través de una línea 31 desde la parte superior de la columna empaquetada 302, el condensado se calentó a reflujo a una columna empaquetada 402, y se recuperó amoniaco gaseoso desde una línea 43. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 306 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 22,8 % en peso de (p-heptilfenil) carbamato.

Etapas (19-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se continuó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 23.

La mezcla en el tanque de almacenamiento 306 se cargó en un tanque de agitación 308 calentado a 120 °C con una línea 36 cerrada. Mientras se agitaba el tanque de agitación 308, se suministraron 1,82 kg de hexametildiamina desde un tanque de almacenamiento 307 al tanque de agitación 308 a través de una línea 35 a la velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar de suministrar la hexametildiamina, se realizó agitación durante aproximadamente 2 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 5,3 % en peso de 1,6-hexanobisurea.

Después, se abrió la línea 36 y el líquido de reacción se transfirió a un tanque de almacenamiento 309 a través de la línea 36.

Etapas (19-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se continuó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 23.

Una columna empaquetada 310, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), que tiene un diámetro interno de 40 mm y que tiene una altura de 4000 mm se calentó a 240 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa, y el líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min desde una línea 37 provista en la columna empaquetada 310. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 55,5 kg. El líquido de reacción se recuperó en un tanque de almacenamiento 315 a través de una línea 320 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 310. Un componente de fase gaseosa se condensó desde una línea 38 provista en la parte superior de la columna empaquetada 310 con un condensador 311 mantenido a aproximadamente 85 °C, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento 313 mediante un separador de gas-líquido 312. La cantidad

de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 313 fue aproximadamente 12,0 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía heptil fenol a una proporción estequiométrica de 13,8 veces y di(p-heptilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0021 veces basada en N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0089 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(-bis(p-heptilfenil éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 97 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 6,7 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de p-heptil fenol, urea y p-(heptilfenil) carbamato, el contenido de p-heptil fenol fue 6,82 kg (35,5 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 108 g (1,80 mol) y el contenido de (p-heptilfenil) carbamato fue 5,13 kg (21,8 mol).

Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 mediante una línea 39 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,176 g (10,3 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 2,06 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (19-1) a (19-3), la línea 5 se obstruyó después de 241 días.

Etapa (19-4): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoníaco de la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (19-3) fue 120 ppm. Se añadieron 2,65 kg de p-heptil fenol y 0,64 kg de urea a la mezcla y se realizó el mismo método que la etapa (19-1). Se añadieron 1,12 kg de hexametildiamina al líquido de reacción, seguido de realización del mismo método que la etapa (19-2) para obtener una solución que contiene 5,35 % en peso de hexametileno bisurea. El mismo método que la etapa (19-3) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (19-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 contenía N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 97 %.

Etapa (19-5): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 19 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1770 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 104 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 210 ppm de 4-heptil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 20]

Etapa (20-1): Producción de (4-cumilfenil) Carbamato

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 23.

El mismo método que la etapa (19-1) del Ejemplo 19 se usó con la excepción de utilizar 41,9 kg de 4-cumil fenol en lugar de p-heptil fenol y utilizando 1,85 kg de urea. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 306 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 18,2 % en peso de (4-cumilfenil) carbamato.

Etapa (20-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (19-2) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar la mezcla obtenida en la etapa (20-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1), y suministrando 2,10 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina en lugar de hexametildiamina a la velocidad de aproximadamente 17 g/min.

Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que contenía 6,8 % en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

Etapa (20-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (19-3) se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 310 a 240 °C, ajustando la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 120 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (20-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a una velocidad de aproximadamente 2,2 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 34,6 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 fue 38,4 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y 4-cumil fenol a una proporción estequiométrica de 11,9 veces y di(4-heptilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0015 veces basada en (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y contenía 0,010 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-cumilfenil) ésteres del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. Además, el rendimiento de (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilurea fue aproximadamente 96 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 5,7 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-cumil fenol, urea y (4-cumilfenil) carbamato, el contenido de 4-cumil fenol fue 5,73 kg (27,0 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 32 g (0,54 mol) y el contenido de (4-cumilfenil) carbamato fue 1,50 kg (5,91 mol).

Un gas que contenía amoniaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 mediante la línea 39 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,180 g (10,6 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0985 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (20-1) a (20-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (20-4): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (20-3) contenía 1900 ppm de amoniaco. El mismo método que la etapa (20-1) se realizó con la excepción de añadir 36,2 kg de 4-cumil fenol y 1,50 kg de urea a la mezcla para obtener una solución que contiene (4-cumilfenil) carbamato. El mismo método que la etapa (20-2) se realizó añadiendo la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (20-3) a la solución seguido de añadir adicionalmente 2,10 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina para obtener una solución que contenía 5,3 % en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea. El mismo método que la etapa (19-3) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (19-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 contenía (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 97 %.

Etapa (20-5): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 20 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1430 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 87 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 90 ppm de 4-cumil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 21]

Etapa (21-1): Producción de (4-dodecilfenil) Carbamato

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 23.

El mismo método que la etapa (19-1) del Ejemplo 19 se usó con la excepción de utilizar 44,0 kg de p-dodecil fenol en lugar de 4-heptil fenol y utilizando 1,57 kg de urea. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 306 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 17,7 % en peso de (p-dodecilfenil) carbamato.

5 Etapa (21-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

10 El mismo método que la etapa (19-2) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar la mezcla obtenida en la etapa (21-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1), y suministrando 1,28 kg de 2,4-toluenodiamina en lugar de hexametildiamina a la velocidad de aproximadamente 12 g/min.

Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que contenía 4,2 % en peso de 2,4-toluenodiamina.

15 Etapa (21-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

20 El mismo método que la etapa (19-3) se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 310 a 210 °C, ajustando la presión interna a 33 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (21-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 2,5 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue 31,4 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 fue 37,0 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y p-dodecil fenol a una proporción estequiométrica de 14,7 veces y di((p-dodecilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0005 veces basada en tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,020 veces un compuesto que contiene N basado en el número de tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 81 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 5,9 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-dodecil fenol, urea y (p-dodecilfenil) carbamato, el contenido de 4-dodecil fenol fue 7,57 kg (28,9 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 67,5 g (1,12 mol) y el contenido de (p-dodecilfenil) carbamato fue 1,89 kg (6,20 mol).

35 Un gas que contenía amoniaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 mediante la línea 39 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,138 g (8,10 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0024 mmol.

40 Cuando se continuaron realizando las etapas (21-1) a (21-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

45 Etapa (21-4): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

50 La concentración de amoniaco de la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (21-3) fue 2200 ppm. El mismo método que la etapa (21-1) se realizó añadiendo 37,2 kg de p-dodecil fenol y 1,16 kg de urea a la mezcla. Se añadieron 1,30 kg de 2,4-toluenodiamina al líquido de reacción resultante, seguido realización del mismo método que la etapa (21-2) para obtener una solución que contenía 4,2 % en peso de 2,4-toluenodiurea. El mismo método que la etapa (21-3) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (21-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 contenía di((p-dodecilfenil) éster del ácido tolueno-2,4-dicarbámico, y el rendimiento de 2,4-tolueno-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 73 %.

55 Etapa (21-5): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

60 Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 21 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 2350 g/h.

65 Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 68 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se

descubrió que era diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 25 ppm de p-dodecil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

Aunque las etapas (21-1) a (21-3) mencionadas anteriormente se repitieron cinco veces, no sucedió la obstrucción de la línea 39.

[Ejemplo 22]

Etapas (22-1): Producción de (4-dodecilfenil) Carbamato

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 23.

El mismo método que la etapa (19-1) del Ejemplo 19 se usó con la excepción de utilizar 161,8 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol en lugar de 4-heptil fenol y usando 1,29 kg de urea. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 306 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 1,90 % en peso de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbamato.

Etapas (22-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (19-2) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar la mezcla obtenida en la etapa (22-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1), y suministrando 1,42 kg de 4,4'-metilendianilina en lugar de hexametildiamina a la velocidad de aproximadamente 17 g/min.

Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que contenía 0,64 % en peso de 4,4'-metanodiiil-difenilurea.

Etapas (22-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (19-3) se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 310 a 210 °C, ajustando la presión interna a 33 kPa, manteniendo el condensador a 90 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (22-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 25 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 65,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 fue 51,1 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol a una proporción estequiométrica de 210 veces y carbonato de di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenilo) a una proporción estequiométrica de 0,0011 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)- di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,013 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)- di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilendianilina fue aproximadamente 79 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol, urea y carbamato de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenilo), el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol fue 13,5 kg (65,6 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 61,5 g (1,02 mol) y el contenido de carbamato de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenilo) fue 1,91 kg (7,68 mol).

Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 mediante la línea 39 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,068 g (4,02 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0624 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (22-1) a (22-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapas (22-4): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoníaco de la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (22-3) fue 33 ppm. El mismo método que la etapa (22-1) se realizó añadiendo 148,9 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 0,27 kg de urea a la mezcla. Se añadieron 1,29 kg de 4,4'-metilendianilina al líquido de reacción resultante, seguido de realización del mismo método que la etapa (22-2) para obtener una solución que contenía 0,064 % en peso de 4,4'-metanodiiilfenilurea. El mismo método que la etapa (22-3) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (22-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 contenía di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-biscarbámico, y el rendimiento de di(4-(1,1,3,3-

tetrametilbutil) fenil)éster del ácido N,N'-(4,4'-metanodiol-difenil)-biscarbámico basado en 4,4'-metilenodianilina fue aproximadamente 80 %.

5 Etapa (22-5): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

10 Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 5 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 22 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 5 al tanque de almacenamiento 801, y suministrando al aparato de destilación de película fina mediante la línea 80 a la velocidad de aproximadamente 6500 g/h.

15 Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 17 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 160 ppm de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

20 [Ejemplo 23]

Etapa (23-1): Producción de (4-dodecilfenil) Carbamato

25 Se usó el aparato mostrado en la FIG. 23.

El mismo método que la etapa (19-1) del Ejemplo 19 se usó con la excepción de utilizar 43,3 kg de 4-etil fenol en lugar de 4-heptil fenol y utilizando 2,13 kg de urea. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 306 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 13,0 % en peso de (4-etilfenil) carbamato.

30 Etapa (23-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

35 El mismo método que la etapa (19-2) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar la mezcla obtenida en la etapa (23-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1), y suministrando 2,20 kg de anilina en lugar de hexametilendiamina a la velocidad de aproximadamente 10 g/min.

Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que contenía 8,0 % en peso de N-fenilurea.

40 Etapa (23-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

45 El mismo método que la etapa (19-3) se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 310 a 220 °C, ajustando la presión interna a presión atmosférica (atmósfera de nitrógeno), manteniendo el condensador a 60 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (23-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 45,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 fue 29,9 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía (4-etilfenil) éster del ácido N-fenilcarbámico, y 4-etil fenol a una proporción estequiométrica de 11,9 veces y di(4-etilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0001 veces basada en (4-etilfenil) éster del ácido N-fenilcarbámico, y contenía 0,0082 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-etilfenil) ésteres del ácido N-fenilcarbámico. Además, el rendimiento de (4-etilfenil) éster del ácido N-fenilcarbámico basado en anilina fue aproximadamente 80 %. El líquido de reacción contenía 6,1 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-etil fenol, urea y (4-etilfenil) carbamato, el contenido de 4-etil fenol fue 13,8 kg (113 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 161 g (2,68 mol) y el contenido de (4-etilfenil) carbamato fue 2,06 kg (12,5 mol).

60 Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 mediante la línea 39 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,195 g (11,5 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0007 mmol.

65 Cuando se continuaron realizando las etapas (23-1) a (23-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (23-4): Condensación de Mono(-O-Ar Éster) del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 30.

El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 313 en la etapa (23-3) se cargó en un tanque de agitación 1108. El tanque de agitación 1108 se calentó a 160 °C y la presión interna se ajustó a 2 kPa para retirar compuestos hidroxil aromáticos. Un compuesto hidroxil aromático en forma de 4-etil fenol se condensó en un condensador 1105 mediante una línea B4 y se recuperó en un tanque de almacenamiento 1107. A continuación, se añadieron 1,14 kg de metilal (formaldehído dimetil acetal) desde un tanque de almacenamiento 1100, 4,70 kg de nitrobenzol desde un tanque de almacenamiento 1101 y 5,6 kg de ácido sulfúrico desde un tanque de almacenamiento 1102 se añadieron al tanque de agitación 1108, seguido de calentamiento durante 10 horas a 100 °C mientras se agitaba el tanque de agitación 1108. Después, el interior del tanque de agitación 1108 se mantuvo a 100 °C y la presión interna se redujo a 1 kPa para retirar por destilación el disolvente y las sustancias sin reaccionar. Cuando el compuesto resultante se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que era una mezcla que contenía aproximadamente 55 % en peso de N,N'-(metanodil-difenil)-di((4-etilfenil) éster del ácido carbámico). Se añadieron aproximadamente 5,1 kg de 4-*terc*-amil fenol a este compuesto para obtener una solución homogénea, y la solución se transfirió a un tanque de almacenamiento 1104.

Etapa (23-5): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Aril Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 29.

Un aparato de destilación de película fina 1002 (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m² se calentó a 260 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,5 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 1104 en la etapa (23-4) se puso en un tanque de almacenamiento 1001 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1200 g/h mediante una línea A1. Un componente líquido se extrajo de una línea A2 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en un tanque de almacenamiento 1003. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 1003 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de una línea A3. Un componente gaseoso se extrajo desde una línea A4 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 1002. El componente gaseoso se introdujo en una columna de destilación 1004, y los componentes de bajo punto de ebullición se separaron por destilación. Un componente de fase líquida se suministró a una columna de destilación 1009 desde una línea A8 provista en una porción de la columna de destilación 1004 inferior a la línea de alimentación y se sometió adicionalmente a separación destilativa. El componente de fase líquida se suministró a una columna de destilación 1014 desde una línea A12 provista en una porción de la columna de destilación 1009 inferior a la línea de alimentación y se sometió adicionalmente a separación destilativa.

Un componente gaseoso se extrajo desde una línea A13 provista en la parte superior de la columna de destilación 1014 y se condensó en un condensador 1015, y el condensado se recuperó en un tanque de almacenamiento 1019. Cuando el condensado se analizó por RMN ¹H, se descubrió que era una solución que contenía aproximadamente un 99 % en peso de 4,4'-difenilmetano diisocianato (MDI). El rendimiento basado en anilina fue aproximadamente 48 %.

[Ejemplo 24]

Etapa (24-1): Producción de (4-nonilfenil) Carbamato

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 23.

El mismo método que la etapa (19-1) del Ejemplo 19 se usó con la excepción de utilizar 38,3 kg de 4-nonil fenol en lugar de p-heptil fenol y utilizando 2,19 kg de urea. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 306 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 24,1 % en peso de (4-nonilfenil) carbamato.

Etapa (24-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (19-2) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar la mezcla obtenida en la etapa (24-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1), y suministrando 1,83 kg de 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina) en lugar de hexametildiamina a la velocidad de aproximadamente 12 g/min.

Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que contenía 6,0 % en peso de 4,4'-metanodil-diciclohexildurea.

Etapa (24-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (19-3) se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 310 a 250 °C, ajustando la presión interna a 20 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (24-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 1,9 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 39,8 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 fue 24,8 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiol-diciclohexil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y 4-nonil fenol a una proporción estequiométrica de 11,6 veces y di(4-nonilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,005 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiol-diciclohexil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,011 veces un compuesto que contiene N basado en el número de diciclohexil carbamato de di(4-nonilfenil)-4,4'-metileno. Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiol-diciclohexil)-di(4-nonilfenil) éster del ácido carbámico basado en 4,4'-metileno bis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 94 %. El líquido de reacción contenía 9,8 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-nonil fenol, urea y (4-nonilfenil) carbamato, el contenido de 4-nonil fenol fue 9,93 kg (45,1 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 70,8 g (1,18 mol) y el contenido de (4-nonilfenil) carbamato fue 4,69 kg (17,8 mol).

Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 mediante la línea 39 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,119 g (7,01 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,070 mmol.

Etapa (24-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 5 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C, ajustando la presión en el interior del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 24 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 5, y suministrando al aparato de destilación de película fina mediante la línea 80 a la velocidad de aproximadamente 1330 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 87 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de diciclohexilmetano que contenía 160 ppm de 4-nonil fenol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (24-1) y (24-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo 25]

Etapa (25-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 24.

Una mezcla de 3,00 kg de carbamato de fenilo (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y 15,3 kg de 1-hexanol (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) se alimentó desde un tanque de almacenamiento 400 en un tanque de agitación 403 con la línea 43 y una línea 48 cerradas. El tanque de agitación 403 se calentó a 100 °C y se inició la agitación. Se suministraron 1,38 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina desde el tanque de almacenamiento 401 al tanque de agitación 403 a través de una línea 41 a la velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de finalizar el suministro de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, el líquido de reacción se agitó durante aproximadamente 2 horas, y como resultado de muestrear el líquido de reacción y analizar por cromatografía líquida, se descubrió que se había formado 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

A continuación, se alimentaron 33,3 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol desde un tanque de almacenamiento 402 al tanque de agitación 403. La línea 48 se abrió para reducir la presión del tanque de agitación 403 a aproximadamente 6 kPa para retirar por destilación 1-hexanol a presión reducida desde una línea 49. El 1-hexanol destilado se condensó en un condensador 411 a través de la línea 48 y se recuperó en un tanque de almacenamiento 413.

Después de destilación del 1-hexanol, la solución en el tanque de agitación 403 se transfirió a un tanque de almacenamiento 404.

Etapa (25-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se continuó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 24.

Una columna empaquetada 405, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3) y que tiene un diámetro interno de 40 mm se calentó a 240 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa, y el condensador se mantuvo a 60 °C. El líquido de reacción obtenido en la etapa (25-1) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 1,8 g/min desde una línea 44 provista en la columna empaquetada 405. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 32,9 kg. El líquido de reacción se recuperó en un tanque de almacenamiento 410 a través de una línea 46 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 405. Un componente de fase gaseosa se condensó desde una línea 45 provista en la parte superior de la columna empaquetada 405 con un condensador 406 mantenido a aproximadamente 85 °C, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento 409 mediante un separador de gas-líquido 408. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 410 fue aproximadamente 19,9 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 410 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil éster del ácido 3-((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol a una proporción estequiométrica de 10,0 veces y di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0015 veces basada en 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil éster del ácido 3-((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenoxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y contenía 0,010 veces un compuesto que contiene N basado en el número de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil ésteres del ácido 3-((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. Además, el rendimiento de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil éster del ácido 3-((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 91 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 8,2 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 409, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol, urea, 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbamato y carbamato de fenilo, el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol fue 12,7 kg (61,7 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 32,4 g (0,54 mol), el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbamato fue 0,357 kg (1,43 mol) y el contenido de carbamato de fenilo fue 0,337 kg (2,46 mol). Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 408 mediante una línea 47 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,121 g (7,10 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0030 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (25-1) y (25-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo 26]

Etapa (26-1): Producción de Éster del Ácido Carbámico

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 25.

Un líquido mixto de 2,84 kg de urea y 48,7 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol se cargó en un tanque de almacenamiento 501. Una columna empaquetada 502, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3) y que tiene un diámetro interno de 20 mm se calentó a 150 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 50 kPa. La mezcla de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol se alimentó desde el tanque de almacenamiento 501 a la columna empaquetada 502, y el líquido de reacción se recuperó en un tanque de almacenamiento 506 a través de una línea 52 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 502. Un componente de fase gaseosa se introdujo en un condensador 503 a través de una línea 51 desde la parte superior de la columna empaquetada 502, el condensado se calentó a reflujo a la columna empaquetada 502, y se recuperó amoníaco gaseoso desde una línea 53. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 506 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 23,2 % en peso de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbamato.

Etapa (26-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se continuó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 25.

La mezcla en el tanque de almacenamiento 506 se cargó en un tanque de agitación 509 calentado a 120 °C con una línea 57 cerrada. Se suministraron 6,34 kg de 2-isopropil fenol desde un tanque de almacenamiento 508 al tanque de agitación 509 a través de una línea 56. Mientras se agitaba el tanque de agitación 509, se suministraron 1,83 kg de hexametildiamina desde el tanque de almacenamiento 507 al tanque de agitación 509 a través de una línea 55 a la velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar de suministrar la hexametildiamina, se realizó agitación durante aproximadamente 2 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 5,2 % en peso de 1,6-hexametilenodiurea.

Después, se abrió la línea 57 y el líquido de reacción se transfirió a un tanque de almacenamiento 510 a través de la línea 57.

5 Etapa (26-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se continuó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 25.

10 Una columna empaquetada 511, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3) y que tiene un diámetro interno de 40 mm se calentó a 240 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa, y un condensador se mantuvo a 90 °C. El líquido de reacción obtenido en la etapa (26-2) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 2,2 g/min desde una línea 58 provista en la columna empaquetada 511. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 39,8 kg. El líquido de reacción se recuperó en un tanque de almacenamiento 516 a través de una línea 61 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 511. Un componente de fase gaseosa se condensó desde una línea 59 provista en la parte superior de la columna empaquetada 511 con un condensador 513 mantenido a aproximadamente 85 °C, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento 514 mediante un separador de gas-líquido 513. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 fue 31,2 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol a una proporción estequiométrica de 12,5 veces y di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0033 veces basada en N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0012 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 94 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 6,9 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 514, se descubrió que era una mezcla de 2-isopropil fenol, urea y carbamato de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenilo), el contenido de 2-isopropil fenol fue 3,91 kg (28,7 mol), el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol fue 1,64 kg (7,97 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 52,4 g (0,87 mol) y el contenido de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbamato fue 2,67 kg (10,7 mol).

35 Un gas que contenía amoniaco descargado desde el separador de gas-líquido 513 mediante una línea 60 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,140 g (8,25 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0032 mmol.

40 Cuando se continuaron realizando las etapas (26-1) a (26-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (26-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

45 La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 28.

50 El aparato de destilación de película fina 802 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 26 se puso en el tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1770 g/h mediante la línea 80. Un componente líquido se extrajo de la línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 802 a través de la línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de hexametileno, 2-isopropil fenol y 4-heptil fenol se extrajo de la línea 81 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 804, el 2-isopropil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 809 a través de la línea 88 provista en una porción de la columna de destilación 804 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de hexametileno se extrajo en la columna de destilación 809, se condensó en el condensador 810, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 809. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 90 g/h.

65 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 90 ppm de 4-heptil fenol. Aunque el diisocianato de hexametileno se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 27]

Etapa (27-1): Producción de Éster del Ácido Carbámico

El mismo método que la etapa (26-1) del Ejemplo 26 se realizó con la excepción de utilizar 2,26 kg de urea y 41,1 kg de 4-cumil fenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 506 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 22,5 % en peso de (4-cumilfenil) carbamato.

Etapa (27-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (26-2) del Ejemplo 26 se realizó con la excepción de utilizar el líquido de reacción obtenido en la etapa (27-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-1), utilizando 8,82 kg de 2-*terc*-amil fenol en lugar de 2-isopropil fenol, y suministrando 1,84 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina en lugar de hexametilendiamina a la velocidad de aproximadamente 21 g/min. Después de finalizar el suministro de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, se realizó agitación durante aproximadamente 3 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que contenía 5,1 % en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

Después, se abrió la línea 57 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 510 a través de la línea 57.

Etapa (27-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (26-3) del Ejemplo 26 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 511 a 240 °C, ajustando la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (27-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-2) a la velocidad de aproximadamente 1,9 g/min. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 51,1 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 fue 38,1 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y 4-cumil fenol a una proporción estequiométrica de 15,3 veces y di(4-cumilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0024 veces basada en (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y contenía 0,0010 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-cumilfenil) ésteres del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. Además, el rendimiento de (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 95 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 4,9 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 514, se descubrió que era una mezcla de 2-*terc*-amil fenol, 4-cumil fenol, urea y (4-cumilfenil) carbamato, el contenido de 2-*terc*-amil fenol fue 8,20 kg (49,9 mol), el contenido de 4-cumil fenol fue 0,526 kg (2,48 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 62,3 g (1,04 mol) y el contenido de (4-cumilfenil) carbamato fue 3,79 kg (14,8 mol).

Un gas que contenía amoniaco descargado desde el separador de gas-líquido 513 mediante la línea 60 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,141 g (8,31 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0025 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (27-1) a (27-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (27-4): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 514 en la etapa (27-3) fue 2900 ppm. El mismo método que la etapa (27-1) se realizó añadiendo 37,6 kg de 4-cumil fenol y 1,14 kg de urea a la mezcla. El mismo método que la etapa (27-2) se realizó añadiendo 1,70 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina al líquido de reacción resultante para obtener una solución que contenía 5,1 % en peso de isoforona bisurea. El mismo método que la etapa (27-3) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (27-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 contenía (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (4-cumilfenil) éster

del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 64 %.

5 Etapa (27-5): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 28.

10 El aparato de destilación de película fina 802 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 en el Ejemplo 27 se puso en el tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1830 g/h mediante la línea 80. Un componente líquido se extrajo de la línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 802 a través de la línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de isoforona, 2-*terc*-amil fenol y 4-cumil fenol se extrajo de la línea 81 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 804, el 2-*terc*-amil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 809 a través de la línea 88 provista en una porción de la columna de destilación 804 inferior a la porción de alimentación del mismo. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de isoforona se extrajo en la columna de destilación 809, se condensó en el condensador 810, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 809. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 90 g/h.

25 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 1 ppm de 4-cumil fenol. Aunque el diisocianato de hexametileno se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 28]

30 Etapa (28-1): Producción de Éster del Ácido Carbámico

35 El mismo método que la etapa (26-1) del Ejemplo 26 se realizó con la excepción de utilizar 2,67 kg de urea y 42,7 kg de p-heptil fenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 506 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 23,4 % en peso de (p-heptilfenil) carbamato.

Etapa (28-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

40 El mismo método que la etapa (26-2) del Ejemplo 26 se realizó con la excepción de utilizar el líquido de reacción obtenido en la etapa (28-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-1), utilizando 19,8 kg de 2,6-diisopropil fenol en lugar de 2-isopropil fenol, y suministrando 2,20 kg de 4,4'-metilenodianilina en lugar de hexametilendiamina a la velocidad de aproximadamente 15 g/min. Después de finalizar el suministro de la 4,4'-metilenodianilina, se realizó agitación durante aproximadamente 1 hora, seguido de muestreo del líquido de reacción. 45 Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que contenía 4,4 % en peso de 4,4'-difenilmetanobisurea.

Después, se abrió la línea 57 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 510 a través de la línea 57.

50 Etapa (28-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

55 El mismo método que la etapa (26-3) del Ejemplo 26 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 511 a 240 °C, ajustando la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (28-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-2) a la velocidad de aproximadamente 3,5 g/min. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 63,4 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 fue 38,9 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y 4-heptil fenol a una proporción estequiométrica de 21,0 veces, 2,6-diisopropil fenol a una proporción estequiométrica de 0,39 veces y di((p-heptilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0007 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0092 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-heptilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-heptilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenodianilina fue aproximadamente 83 %. La cantidad de

amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 7,6 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 514, se descubrió que era una mezcla de 2,6-diisopropil fenol, p-heptil fenol, urea y (p-heptilfenil) carbamato, el contenido de 2,6-diisopropil fenol fue 18,3 kg (103 mol), el contenido de p-heptil fenol fue 0,582 kg (3,03 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 118 g (1,97 mol) y el contenido de (p-heptilfenil) carbamato fue 5,10 kg (21,7 mol).

Un gas que contenía amoniaco descargado desde el separador de gas-líquido 513 mediante la línea 60 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,157 g (9,25 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0009 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (28-1) a (28-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (28-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 29.

El aparato de destilación de película fina 1002 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 28 se puso en el tanque de almacenamiento 1001 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 2140 g/h mediante la línea A1. Un componente líquido se extrajo de la línea A2 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1003. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 1003 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de la línea A3. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de difenilmetano, 2,6-diisopropil fenol y p-heptil fenol se extrajo desde la línea A4 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 1002. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 1004, el 2,6-diisopropil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1009 a través de la línea A8 provista en una porción de la columna de destilación 1004 inferior a la porción de alimentación de la misma. El p-heptil fenol se separó por destilación en la columna de destilación 1009, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1014 a través de la línea A12 provista en una porción de la columna de destilación 1009 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de difenilmetano se extrajo en la columna de destilación 1014, se condensó en el condensador 1015, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 1014. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 1019 a la velocidad de aproximadamente 92 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 190 ppm de p-heptil fenol.

[Ejemplo 29]

Etapa (29-1): Producción de Éster del Ácido Carbámico

El mismo método que la etapa (26-1) del Ejemplo 26 se realizó con la excepción de utilizar 2,39 kg de urea y 23,7 kg de 4-fenil fenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 506 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 33,5 % en peso de (4-fenilfenil) carbamato.

Etapa (29-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (26-2) del Ejemplo 26 se realizó con la excepción de utilizar el líquido de reacción obtenido en la etapa (29-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-1), usando 5,74 kg de 2,4-di-*terc*-butil fenol en lugar de 2-isopropil fenol, y suministrando 1,95 kg de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) en lugar de hexametilendiamina a la velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de finalizar el suministro la 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina), se realizó agitación durante aproximadamente 2 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que contenía 7,89 % en peso de 4,4'-metanodiildiciclohexilurea.

Después, se abrió la línea 57 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 510 a través de la línea 57.

Etapa (29-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (26-3) del Ejemplo 26 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 511 a 240 °C, ajustando la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (29-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-2) a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 30,5 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 fue 38,9 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y 4-fenil fenol a una proporción estequiométrica de 12,5 veces, 2,4-di-*tert*-butil fenol a una proporción estequiométrica de 0,11 veces, y di(4-fenilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0010 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,011 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((4-fenilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenois(ciclohexilamina) fue aproximadamente 90 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 9,1 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 514, se descubrió que era una mezcla de 2,4-di-*tert*-butil fenol, 4-fenil fenol, urea y (4-fenilfenil) carbamato, el contenido de 2,4-di-*tert*-butil fenol fue 5,13 kg (24,9 mol), el contenido de 4-fenil fenol fue 0,358 kg (2,10 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 86 g (1,43 mol) y el contenido de (4-fenilfenil) carbamato fue 4,16 kg (19,5 mol).

Un gas que contenía amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 513 mediante la línea 60 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,132 g (7,77 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 5,44 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (29-1) a (29-3), la línea de descarga de amoníaco se obstruyó cuando el tiempo de funcionamiento había excedido 183 días.

Etapa (29-4): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 514 en la etapa (29-3) fue 21 ppm. El mismo método que la etapa (29-1) se realizó añadiendo 42,1 kg de 4-fenil fenol y 1,39 kg de urea a la mezcla. El mismo método que la etapa (29-2) se realizó añadiendo 1,90 kg de 4,4'-metilenois(ciclohexilamina) al líquido de reacción resultante para obtener una solución que contenía 5,1 % en peso de 4,4'-metanodiildiciclohexildiurea. El mismo método que la etapa (29-3) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (29-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 516 contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenois(ciclohexilamina) fue aproximadamente 80 %.

Etapa (29-5): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 29.

El aparato de destilación de película fina 1002 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 29 se puso en el tanque de almacenamiento 1001 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1370 g/h mediante la línea A1. Un componente líquido se extrajo de la línea A2 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1003. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 1003 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de la línea A3. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de diciclohexilmetano, 2,4-di-*tert*-butil fenol y 4-fenil fenol se extrajo de la línea A4 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 1002. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 1004, el 2,4-di-*tert*-butil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1009 a través de la línea A8 provista en una porción de la columna de destilación 1004 inferior a la porción de alimentación de la misma. El 4-fenil fenol se separó por destilación en la columna de destilación 1009, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1014 a través de la línea A12 provista en una porción de la columna de destilación 1009 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de difenilmetano se extrajo en la columna de destilación 1014, se condensó en el condensador 1015, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 1014. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 1019 a la velocidad de aproximadamente 115 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 1019 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diciclohexilmetano diisocianato que contenía 230 ppm de 4-fenil fenol. Aunque el

isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 30]

5

Etapa (30-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de mezclar 2,28 kg de hexametildiamina, 75,5 kg de p-heptil fenol, 13,4 kg de 2-isopropil fenol y 4,71 g de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a 26 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,0 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 77,6 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), p-heptil fenol a una proporción estequiométrica de 19,0 veces, 2-isopropil fenol a una proporción estequiométrica de 0,109 veces y di(p-heptilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0022 veces basada en N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,008 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 92 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 9,5 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 2-isopropil fenol, p-heptil fenol, urea y (p-heptilfenil) carbamato, el contenido de 2-isopropil fenol fue 13,1 kg (96,1 mol), el contenido de p-heptil fenol fue 2,26 kg (11,7 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 2,66 g (44,4 mol) y el contenido de (p-heptilfenil) carbamato fue 171 g (0,91 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,16 g (9,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,480 mmol.

30

Cuando se continuó realizando la etapa (30-1), la línea 5 se obstruyó cuando el tiempo de funcionamiento había excedido 309 días.

Etapa (30-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

35

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (30-1) fue 40 ppm. El mismo método que la etapa (30-1) se realizó añadiendo 73,2 kg de 4-heptil fenol, 1,99 kg de urea y 2,28 kg de hexametildiamina a la mezcla para obtener una solución de material de partida. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 77,6 kg. El líquido de reacción contenía ácido N,N'-hexanodil-dicarbámico-bis(4-heptilfenilo), y el rendimiento de ácido N,N'-hexanodil-dicarbámico bis(4-heptilfenil) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 86 %.

40

Etapa (30-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

45

La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 27.

El aparato de destilación de película fina 802 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 30 se puso en el tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 2430 g/h mediante la línea 80. Un componente líquido se extrajo de la línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 802 a través de la línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de hexametileno, 2-isopropil fenol y 4-heptil fenol se extrajo de la línea 81 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 804, el 2-isopropil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 809 a través de la línea 88 provista en una porción de la columna de destilación 804 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de hexametileno se extrajo en la columna de destilación 809, se condensó en el condensador 810, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 809. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 90 g/h.

55

60

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 89 ppm de 4-heptil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

65

[Ejemplo 31]

Etapa (31-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de mezclar 2,32 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 35,8 kg de p-dodecil fenol, 12,1 kg de 2,6-diisopropil fenol y 3,27 g de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna empaquetada 102 a 270 °C, ajustando la presión interna a 74 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,2 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 40,1 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, y p-dodecil fenol a una proporción estequiométrica de 8,4 veces, 2,6-diisopropil fenol a una proporción estequiométrica de 0,968 veces y di(p-dodecilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0001 veces basada en (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, y contenía 0,0001 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico. Además, el rendimiento de (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 93 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 8,8 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 2,6-diisopropil fenol, p-dodecil fenol, urea y (p-dodecilfenil) carbamato, el contenido de 2,6-diisopropil fenol fue 9,96 kg (55,9 mol), el contenido de p-dodecil fenol fue 1,07 kg (4,09 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 1,82 kg (30,3 mol) y el contenido de (p-dodecilfenil) carbamato fue 162 g (0,62 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,209 g (12,3 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 9,84 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (31-1), la línea 5 se obstruyó cuando el tiempo de funcionamiento había excedido 171 días.

Etapa (31-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (31-1) fue 4500 ppm. El mismo método que la etapa (31-1) se realizó añadiendo 28,4 kg de p-dodecil fenol, 0,84 kg de urea y 1,91 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina a la mezcla para obtener una solución de material de partida. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 33,0 kg. El líquido de reacción contenía (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, y el rendimiento de (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 72 %.

Etapa (31-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 27.

El aparato de destilación de película fina 802 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 31 se puso en el tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1220 g/h mediante la línea 80. Un componente líquido se extrajo de la línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 802 a través de la línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de isoforona, 2,6-diisopropil fenol y p-dodecil fenol se extrajo de la línea 81 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 804, el 2,6-diisopropil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 809 a través de la línea 88 provista en una porción de la columna de destilación 804 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de isoforona se extrajo en la columna de destilación 809, se condensó en el condensador 810, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 809. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 81 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 53 ppm de p-dodecil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

5 [Ejemplo 32]

Etapas (32-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de mezclar 1,22 kg de 2,4-toluenodiamina, 21,2 kg de 4-cumil fenol, 7,50 kg de 2-*terc*-butil fenol y 1,56 kg de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a presión atmosférica (atmósfera de nitrógeno), e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,3 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 23,6 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición estequiométrica de 9,8 veces, 2-*terc*-butil fenol a una proporción estequiométrica de 1,10 veces y di(4-cumilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0009 veces basada en tolueno-2,4-di((2-*terc*-butilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,022 veces un compuesto que contiene N basado en el número de tolueno-2,4-di((2-*terc*-butilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di((2-*terc*-butilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 82 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 7,5 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 2,4-toluenodiamina fenol, 4-cumil fenol, urea y (4-cumilfenil) carbamato, el contenido de 2-*terc*-butil fenol fue 6,15 kg (40,9 mol), el contenido de 4-cumil fenol fue 0,636 kg (3,00 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 0,738 kg (12,3 mol) y el contenido de (4-cumilfenil) carbamato fue 53,2 g (0,25 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,251 g (14,8 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 1,33 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (32-1), la línea 5 se obstruyó cuando el tiempo de funcionamiento había excedido 301 días.

35 Etapas (32-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (32-1) fue 63 ppm. El mismo método que la etapa (32-1) se realizó añadiendo 19,9 kg de 4-cumil fenol, 0,76 kg de urea y 1,18 kg de 2,4-toluenodiamina a la mezcla para obtener una solución de material de partida. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 33,0 kg. El líquido de reacción contenía tolueno-2,4-di((2-*terc*-butilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de tolueno-2,4-di((2-*terc*-butilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 94 %.

45 Etapas (32-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 27.

El aparato de destilación de película fina 802 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 32 se puso en el tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 2190 g/h mediante la línea 80. Un componente líquido se extrajo de la línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 802 a través de la línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de 2,4-tolileno, 2-*terc*-butil fenol y 4-cumil fenol se extrajo de la línea 81 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 804, el 2-*terc*-butil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 809 a través de la línea 88 provista en una porción de la columna de destilación 804 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de 2,4-tolileno se extrajo en la columna de destilación 809, se condensó en el condensador 810, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 809. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 115 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 80 ppm de 4-cumil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

5 [Ejemplo 33]

Etapas (33-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de mezclar 1,76 kg de 4,4'-metilendianilina, 15,1 kg de 4-fenil fenol, 4,37 kg de 2-*terc*-amil fenol y 1,33 kg de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna empaquetada 102 a 260 °C, ajustando la presión interna a 52 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 17,6 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y 4-fenil fenol a una proporción estequiométrica de 9,8 veces, 2-*terc*-amil fenol a una proporción estequiométrica de 0,659 veces y di(4-fenilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0011 veces basada en N,N'-4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0039 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-4,4'- metanodiiil-difenil)-di((4-fenilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilendianilina fue aproximadamente 82 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 4,6 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 2-*terc*-amil fenol, 4-fenil fenol, urea y (4-fenilfenil) carbamato, el contenido de 2-*terc*-amil fenol fue 3,59 kg (21,7 mol), el contenido de 4-fenil fenol fue 0,453 kg (2,66 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 0,603 kg (10,0 mol) y el contenido de (4-fenilfenil) carbamato fue 34,9 g (0,21 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,479 g (21,2 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 4,24 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (33-1), la línea 5 se obstruyó cuando el tiempo de funcionamiento había excedido 254 días.

35 Etapas (33-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (33-1) fue 710 ppm. El mismo método que la etapa (33-1) se realizó añadiendo 11,9 kg de 4-fenil fenol, 0,47 kg de urea y 1,44 kg de 4,4'-metilendianilina a la mezcla para obtener una solución de material de partida. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 14,4 kg. El líquido de reacción contenía N,N'-4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilendianilina fue aproximadamente 93 %.

45 Etapas (33-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 29.

El aparato de destilación de película fina 1002 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 33 se puso en el tanque de almacenamiento 1001 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1140 g/h mediante la línea A1. Un componente líquido se extrajo de la línea A2 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1003. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 1003 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de la línea A3. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de difenilmetano, 2-*terc*-amil fenol y 4-fenil fenol se extrajo de la línea A4 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 1002. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 1004, el 2-*terc*-amil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1009 a través de la línea A8 provista en una porción de la columna de destilación 1004 inferior a la porción de alimentación de la misma. El 4-fenil fenol se separó por destilación en la columna de destilación 1009, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1014 a través de la línea A12 provista en una porción de la columna de destilación 1009 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de difenilmetano se extrajo en la columna de destilación 1014, se condensó en el condensador 1015, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 1014. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 1019 a la velocidad de aproximadamente 100 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 1019 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de difenilmetano que contenía 110 ppm de 4-fenil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

5

[Ejemplo 34]

Etapa (34-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

10 Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de mezclar 1,11 kg de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina), 11,6 kg de 4-nonil fenol, 1,59 kg de 2-*terc*-butil fenol y 0,824 kg de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna empaquetada 102 a 280 °C, ajustando la presión interna a 78 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue
15 13,1 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y 4-nonil fenol a una proporción estequiométrica de 9,2 veces, 2-*terc*-butil fenol a una proporción estequiométrica de 0,227 veces y di(4-nonilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0035 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0077 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di((4-nonilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 88 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 6,3 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 2-*terc*-butil fenol, 4-nonil fenol, urea y (4-nonilfenil) carbamato, el contenido de 2-*terc*-butil fenol fue 1,42 kg (9,50 mol), el contenido de 4-nonil fenol fue 0,116 kg (0,53 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 0,326 kg (5,43 mol) y el contenido de (4-nonilfenil) carbamato fue 24,4 g (0,11 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,339 g (20,0 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,033 mmol.

35 Cuando se continuó realizando la etapa (34-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso cuando el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (34-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

40 La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (34-1) fue 510 ppm. El mismo método que la etapa (34-1) se realizó añadiendo 10,5 kg de 4-nonil fenol, 0,41 kg de urea y 1,01 kg de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) a la mezcla para obtener una solución de material de partida. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 11,9 kg. El líquido de reacción contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-ciclohexil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 92 %.

50 Etapa (34-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 29.

El aparato de destilación de película fina 1002 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 34 se puso en el tanque de almacenamiento 1001 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1240 g/h mediante la línea A1. Un componente líquido se extrajo de la línea A2 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1003. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 1003 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de la línea A3. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de dicitlohexilmetano, 2-*terc*-butil fenol y 4-nonil fenol se extrajo de la línea A4 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 1002. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 1004, el 2-*terc*-butil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1009 a través de la línea A8 provista en una porción de la columna de destilación 1004 inferior a la porción de alimentación de la misma. El 4-nonil fenol se separó por destilación en la columna de destilación 1009, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1014 a través de la línea A12 provista en una porción de la columna de destilación 1009 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía

65

diisocianato de dicitlohexilmetano se extrajo en la columna de destilación 1014, se condensó en el condensador 1015, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 1014. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 1019 a la velocidad de aproximadamente 93 g/h.

5 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 1019 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de dicitlohexilmetano que contenía 110 ppm de 4-nonil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

10 [Ejemplo 35]

Etapa (35-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 26.

15 41,84 kg de p-heptil fenol y 3101 g de urea se mezclaron en un tanque de almacenamiento 601 calentado a 120 °C con una línea 63 cerrada, y la mezcla se transfirió a un tanque de agitación 603 (volumen de líquido interno: 80 l, equipado con tabiques deflectores) calentado a 120 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 603, se suministraron 1,50 kg de hexametildiamina desde un tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 604 a través de una línea 62 a la velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar de suministrar la hexametildiamina, se realizó agitación durante aproximadamente 2 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 6,3 % en peso de 1,6-hexametilenodiurea.

20 Después, se abrió la línea 63 y el líquido de reacción se transfirió a un tanque de almacenamiento 604 a través de la línea 63.

Etapa (35-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

30 Se continuó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 26.

Una columna empaquetada 605, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3) se calentó a 240 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa, y el condensador se mantuvo a 60 °C. El líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min desde una línea 64 provista en la columna empaquetada 605. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 35,1 kg. El líquido de reacción se recuperó en un tanque de almacenamiento 610 a través de una línea 66 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 605. Un componente de fase gaseosa se condensó desde una línea 65 provista en la parte superior de la columna empaquetada 605 con un condensador 606 mantenido a aproximadamente 85 °C, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento 609 mediante un separador de gas-líquido 608. La cantidad de líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento 610 fue aproximadamente 23,0 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-hexanodiiil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y p-heptil fenol a una proporción estequiométrica de 8,4 veces y di((p-heptilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0053 veces basada en N,N'-hexanodiiil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0132 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodiiil-di((p-heptilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de ácido N,N'-hexanodiiil-dicarbámico-bis((p-heptilfenil) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 97 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 6,9 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 409, se descubrió que era una mezcla de p-heptil fenol, urea y p-(heptilfenil) carbamato, el contenido de p-heptil fenol fue 10,0 kg (52,0 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 1,19 kg (19,9 mol) y el contenido de (p-heptilfenil) carbamato fue 0,515 kg (2,91 mol). Además, se descargó gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante una línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,14 g (8,5 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,085 mmol.

50 Cuando se continuaron realizando las etapas (35-1) y (35-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (35-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

65 La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (35-2) fue 70 ppm. El mismo método que la etapa (35-1) se realizó añadiendo 12,8 kg de p-heptil fenol y 0,578 kg de urea a la

mezcla, transfiriendo al tanque de agitación 603 y usando 0,92 kg de hexametildiamina. Se obtuvo una solución que contenía 6,3 % en peso de 1,6-hexanobisdiurea. El mismo método que la etapa (35-2) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (35-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 97 %.

Etapa (35-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 35 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1790 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 125 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 5 ppm de p-heptil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 36]

Etapa (36-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se mezclaron 45,4 kg de 4-cumil fenol y 2,25 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 110 °C con la línea 63 cerrada, y la mezcla se transfirió al tanque de agitación 603 calentado a 100 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 603, se suministraron 1,82 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina desde el tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 303 a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de finalizar el suministro de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, se realizó agitación durante aproximadamente 8 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 5,6 % en peso de 3-ureidometil-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

Después, se abrió la línea 63 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 604 a través de la línea 63.

Etapa (36-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (35-2) del Ejemplo 35 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 605 a 220 °C, ajustando la presión interna de la columna a 8 kPa, manteniendo el condensador a 80 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (36-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 40,5 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 27,1 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y 4-cumil fenol a una proporción estequiométrica de 12,8 veces y di(4-cumilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0066 veces basada en (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi) carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y contenía 0,0211 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-cumilfenil) ésteres del ácido 3-((4-fenilfenoxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. Además, el rendimiento de (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 90 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 10,5 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-cumil fenol, urea y (4-cumilfenil) carbamato, el contenido de 4-cumil fenol fue 12,2 kg (57,5 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 0,765 kg (12,7 mol) y el contenido de (4-cumilfenil) carbamato fue 0,169 kg (0,66 mol). Además, se descargó gas que contenía amoníaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,092 g (5,4 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0033 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (36-1) y (36-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (36-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (36-2) fue 59 ppm. El mismo método que la etapa (36-1) se realizó añadiendo 10,7 kg de 4-cumil fenol y 0,330 kg de urea a la mezcla, transfiriendo al tanque de agitación 603 y usando 0,920 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina. Se obtuvo una solución que contenía 5,6 % en peso de 3-ureidometil-3,5,5-trimetilciclohexilurea. El mismo método que la etapa (36-2) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (36-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 90 %. La concentración de amoniaco en el líquido de reacción fue 11 ppm.

Etapa (36-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 230 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 0,8 kPa y suministrando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 36 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1910 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 118 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 10 ppm de p-cumil fenol.

[Ejemplo 37]

Etapa (37-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se mezclaron 49,3 kg de p-dodecil fenol y 3,38 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 90 °C con la línea 63 cerrada, y la mezcla se transfirió al tanque de agitación 603 calentado a 90 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 603, se suministraron 1,53 kg de 2,4-toluenodiamina desde el tanque de almacenamiento 62 al tanque de agitación 603 a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 15 g/min. Después de finalizar el suministro de la 2,4-toluenodiamina, se realizó agitación durante aproximadamente 1 hora, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 4,9 % en peso de 2,4-toluenodiurea.

Después, se abrió la línea 63 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 604 a través de la línea 63.

Etapa (37-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (35-2) del Ejemplo 35 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 605 a 210 °C, ajustando la presión interna de la columna a 8 kPa, manteniendo el condensador a 80 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (37-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 48,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 36,1 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y p-dodecil fenol a una proporción estequiométrica de 9,11 veces y di(p-dodecilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0035 veces basada en tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0012 veces un compuesto que contiene N basado en el número de tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 90 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 29 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de p-dodecil fenol, urea y (p-dodecilfenil) carbamato, el contenido de p-dodecil fenol fue 14,2 kg (54,2 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 1,62 kg (27,1 mol) y el contenido de (p-dodecilfenil) carbamato fue 0,428 kg (1,40 mol). Además, se descargó gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,108 g (6,38 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,572 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (37-1) y (37-2), la línea de descarga de amoniaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 303 días.

Etapa (37-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (37-2) fue 86 ppm. El mismo método que la etapa (37-1) se realizó añadiendo 12,2 kg de p-dodecil fenol y 0,105 kg de urea a la mezcla, transfiriendo al tanque de agitación 603 y usando 0,820 kg de 2,4-toluenodiamina. Se obtuvo una solución que contenía 4,9 % en peso de 2,4-toluenodiurea. El mismo método que la etapa (37-2) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (35-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 89 %. La concentración de amoniaco en el líquido de reacción fue 27 ppm.

Aunque las etapas (37-1) y (37-2) se repitieron cinco veces, no sucedió la obstrucción de la línea 67.

Etapa (37-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 210 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 37 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 2020 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 102 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 707 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 15 ppm de p-dodecil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 38]

Etapa (38-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se mezclaron 110,8 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 0,99 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 90 °C con la línea 63 cerrada, y la mezcla se transfirió al tanque de agitación 603 calentado a 90 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 603, se suministraron 0,820 kg de 4,4'-metilendianilina desde el tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 10 g/min. Después de finalizar el suministro de la 4,4'-metilendianilina, se realizó agitación durante aproximadamente 1 hora, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 1,05 % en peso de 4,4'-metanodiidifenildiurea.

Después, se abrió la línea 63 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 604 a través de la línea 63.

Etapa (38-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (35-2) del Ejemplo 35 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 605 a 200 °C, ajustando la presión interna de la columna a 8 kPa, manteniendo el condensador a 90 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (38-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 13,2 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 47,7 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 31,9 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol a una proporción estequiométrica de 8,4 veces y di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0046 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0132 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)- di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-difenil)- di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilendianilina fue aproximadamente 90 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y urea, el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol fue 15,5 kg (75,8 mol) y el contenido de urea fue aproximadamente 0,679 kg (11,3 mol). Además, se descargó gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,0667 g (3,23 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,291 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (38-1) y (38-2), la línea de descarga de amoniaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 300 días.

5 Etapa (38-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

10 La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (38-2) fue 50 ppm. El mismo método que la etapa (38-1) se realizó añadiendo 95,2 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 0,778 kg de urea a la mezcla, transfiriendo al tanque de agitación 603 y usando 0,776 kg de 4,4'-metilenodianilina. Se obtuvo una solución que contenía 1,1 % en peso de 4,4'-metanodiildifenildiurea. El mismo método que la etapa (38-2) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (35-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-(4,4'- metanodiil-difenil)-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenodianilina fue aproximadamente 90 %.

Etapa (38-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

20 Se usó el aparato mostrado en la FIG. 28.

25 Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 5 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 38 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 5 al tanque de almacenamiento 801, y suministrando al aparato de destilación de película fina mediante la línea 80 a la velocidad de aproximadamente 2580 g/h.

30 Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 23 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era 4,4'-difenilmetano diisocianato que contenía 120 ppm de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

35 [Ejemplo 39]

Etapa (39-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

40 Se mezclaron 43,5 kg de 4-*terc*-amil fenol y 3,61 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 80 °C con la línea 63 cerrada, y la mezcla se transfirió al tanque de agitación 603 calentado a 80 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 603, se suministraron 1,12 kg de anilina desde el tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 10 g/min. Después de finalizar el suministro de la anilina, se realizó agitación durante aproximadamente 28 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 4,5 % en peso de N-fenilurea.

Después, se abrió la línea 63 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 604 a través de la línea 63.

50 Etapa (39-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

55 El mismo método que la etapa (35-2) del Ejemplo 35 se realizó con la excepción de calentar la columna empacada 605 a 200 °C, ajustando la presión interna de la columna a 8 kPa, manteniendo el condensador a 100 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (39-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 42,6 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 27,2 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía ácido N-fenilcarbámico-(4-*terc*-amilfenil), y 4-*terc*-amil fenol a una proporción estequiométrica de 13,8 veces y di(4-*terc*-amilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0046 veces basada en ácido N-fenilcarbámico-(4-*terc*-amilfenilo), y contenía 0,0189 veces un compuesto que contiene N basado en el número de ácido N-fenilcarbámico-(4-*terc*-amilfenil). Además, el rendimiento de ácido N-fenilcarbámico-(4-*terc*-amilfenilo) basado en anilina fue aproximadamente 93 %. El líquido de reacción contenía 4,9 ppm de amoniaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-*terc*-amil fenol y urea, el contenido de 4-*terc*-amil fenol fue 12,7 kg (77,9 mol) y el contenido de urea fue aproximadamente 1,95 kg (32,4 mol). Además, se descargó gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea

67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,117 g (6,87 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,206 mmol.

5 Cuando se continuaron realizando las etapas (39-1) y (39-2), la línea de descarga de amoniaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 308 días.

10 Etapa (39-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

15 El mismo método que la etapa (39-1) se realizó en la etapa (39-2) añadiendo 19,0 kg de 4-*terc*-amil fenol y 0,690 kg de urea a la mezcla, transfiriendo al tanque de agitación 603 y usando 0,820 kg de anilina. Se obtuvo una solución que contenía 4,5 % en peso de fenilurea. El mismo método que la etapa (39-2) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (35-2). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía ácido N-fenilcarbámico-(4-*terc*-amilfenilo), y el rendimiento de ácido N-fenilcarbámico-(4-*terc*-amilfenilo) basado en anilina fue aproximadamente 93 %.

20 Etapa (39-4): Condensación de Mono(-O-Ar Éster) del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 30.

25 El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 en la etapa (39-3) se cargó en el tanque de agitación 1108. El tanque de agitación 1108 se calentó a 160 °C y la presión interna se ajustó a 2 kPa para retirar compuestos hidroxil aromáticos. Un compuesto hidroxil aromático en forma de 4-*terc*-amil fenol se condensó en el condensador 1105 mediante la línea B4 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1107. A continuación, se añadieron 1,14 kg de metilal (formaldehído dimetil acetal) desde el tanque de almacenamiento 1100, 4,70 kg de nitrobenzol desde el tanque de almacenamiento 1101 y 5,6 kg de ácido sulfúrico desde un tanque de almacenamiento 1102 se añadieron al tanque de agitación 1108, seguido de calentamiento durante 10 horas a 100 °C mientras se agitaba el tanque de agitación 1108. Después, el interior del tanque de agitación 1108 se mantuvo a 100 °C y la presión interna se redujo a 1 kPa para retirar por destilación el disolvente y las sustancias sin reaccionar. Cuando el compuesto resultante se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que era una mezcla que contenía aproximadamente 55 % en peso de N,N'-(metanodil-difenil)-bis((4-*terc*-amilfenil) éster del ácido carbámico). Se añadieron aproximadamente 5,1 kg de un compuesto hidroxil aromático (4-*terc*-amil fenol) a este compuesto para obtener una solución homogénea, y la solución se transfirió al tanque de almacenamiento 1104.

40 Etapa (39-5): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Aril Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 29.

45 Un aparato de destilación de película fina 1002 (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m² se calentó a 260 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,5 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 1104 en la etapa (39-4) se puso en el tanque de almacenamiento 1001 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1200 g/h mediante la línea A1. Un componente líquido se extrajo de la línea A4 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1003. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 1003 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de la línea A3. Un componente gaseoso se extrajo desde la línea A4 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 1002. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 1004, y los componentes de bajo punto de ebullición se separaron por destilación. Un componente de fase líquida se suministró a la columna de destilación 1009 desde la línea A8 provista en una porción de la columna de destilación 1004 inferior a la línea de alimentación y se sometió adicionalmente a separación destilativa. El componente de fase líquida se suministró a la columna de destilación 1014 desde la línea A12 provista en una porción de la columna de destilación 1009 inferior a la línea de alimentación y se sometió adicionalmente a separación destilativa.

60 Un componente gaseoso se extrajo desde la línea A13 provista en la parte superior de la columna de destilación 1014 y se condensó en el condensador 1015, y el condensado se recuperó en el tanque de almacenamiento 1019. Cuando el condensado se analizó por RMN ¹H, se descubrió que era una solución que contenía aproximadamente un 99 % en peso de 4,4'-difenilmetano diisocianato (MDI). El rendimiento basado en anilina fue aproximadamente 50 %.

[Ejemplo 40]

65 Etapa (40-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

se mezclaron 51,1 kg de 4-etil fenol y 0,43 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 110 °C con la línea 63 cerrada, y la mezcla se transfirió al tanque de agitación 603 calentado a 100 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 603, se suministraron 0,43 kg de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) desde el tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de finalizar el suministro la 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina), se realizó agitación durante aproximadamente 8 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 1,17 % en peso de 4,4'-metanodiildiciclohexildiurea.

Después, se abrió la línea 63 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 604 a través de la línea 63.

Etapa (40-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (35-2) del Ejemplo 35 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 605 a 220 °C, ajustando la presión interna de la columna a 13 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (40-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 1,4 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 48,6 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 32,5 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((4-etilfenil) éster del ácido carbámico), y 4-etil fenol a una proporción estequiométrica de 149 veces y di(4-etilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0039 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((4-etilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0155 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((4-etilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((4-etilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 91 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-etil fenol y urea, el contenido de 4-etil fenol fue 15,8 kg (129 mol) y el contenido de urea fue aproximadamente 0,168 kg (2,81 mol). Además, se descargó gas que contenía amoníaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,025 g (1,46 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0014 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (40-1) y (40-2), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (40-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (40-2) fue 2 ppm. El mismo método que la etapa (40-1) se realizó añadiendo 36,7 kg de 4-etil fenol y 0,252 kg de urea a la mezcla, transfiriendo al tanque de agitación 603 y usando 0,43 kg de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina). Se obtuvo una solución que contenía 1,14 % en peso de 4,4'-metanodiildiciclohexildiurea. El mismo método que la etapa (40-2) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (40-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((4-etilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiildiciclohexil)-di((4-etilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 91 %.

Etapa (40-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 28.

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 5 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, cargando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 40 en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 5 al tanque de almacenamiento 801, y suministrando al aparato de destilación de película fina mediante la línea 80 a la velocidad de aproximadamente 1880 g/h.

Un condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 16 g/h, y cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era 4,4'-diciclohexilmetano)diisocianato que contenía 230 ppm de 4-etil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 41]

Etapa (41-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

5 Se usó el aparato mostrado en la FIG. 26.

se mezclaron 8,44 kg de 2-isopropil fenol y 7,03 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 120 °C con la línea 63 cerrada, y la mezcla se transfirió al tanque de agitación 603 (volumen de líquido interno: 80 l, equipado con tabiques deflectores) calentado a 120 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 603, se suministraron 1,50 kg de hexametildiamina desde el tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 20 g/min. Después de terminar de suministrar la hexametildiamina, se realizó agitación durante aproximadamente 2 horas. Después de añadir 13,3 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol desde el tanque de almacenamiento 600, la línea 63 se abrió y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 604 a través de la línea 63. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 8,1 % en peso de 1,6-hexanobisurea.

Etapa (41-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

20 Se continuó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 26.

Una columna empaquetada 605, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), y que tiene un diámetro interno de 40 mm y una altura de 4000 mm se calentó a 240 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa. El líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 1,8 g/min desde la línea 64 provista en la columna empaquetada 605. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 21,3 kg. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 610 a través de la línea 66 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 605. Un componente de fase gaseosa se condensó desde la línea 65 provista en la parte superior de la columna empaquetada 605 con el condensador 606 mantenido a aproximadamente 60 °C, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 609 mediante el separador de gas-líquido 608. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 11,9 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol a una proporción estequiométrica de 4,1 veces y bis((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,039 veces basada en N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0035 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 77 %. La cantidad de amoníaco contenido en el líquido de reacción fue 9,3 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol, 2-isopropil fenol, urea y carbamato de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenilo), el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol fue aproximadamente 0,11 kg (0,51 mol), el contenido de 2-isopropil fenol fue aproximadamente 6,86 kg (50,4 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 933 g (15,5 mol) y el contenido de (4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbamato fue aproximadamente 521 g (2,09 mol). Además, se descargó gas que contenía amoníaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,225 g (13,2 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0013 mmol.

50 Cuando se continuaron realizando las etapas (41-1) y (41-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

55 Etapa (41-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

El mismo método que la etapa (41-1) se realizó en la etapa (41-2) añadiendo 2,35 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609, transfiriendo al tanque de agitación 603 y usando 1,650 kg de hexametildiamina y 14,2 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol. Se obtuvo una solución que contenía 8,1 % en peso de 1,6-hexametilenodiurea. El mismo método que la etapa (41-2) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (41-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster del ácido N,N'-hexanodil-dicarbámico, y el rendimiento de di(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster del ácido N,N'-hexanodil-dicarbámico, basado en hexametildiamina fue aproximadamente 77 %.

65

Etapa (41-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 28.

El aparato de destilación de película fina 802 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 41 se puso en el tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 890 g/h mediante la línea 80. Un componente líquido se extrajo de la línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 802 a través de la línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de hexametileno, 2-isopropil fenol y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol se extrajo de la línea 81 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 804, el 2-isopropil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 809 desde la línea 88 provista en una porción de la columna de destilación 804 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía hexametilendiisocianato se extrajo en la columna de destilación 809, se condensó en el condensador 810, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 809. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 86,5 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de hexametileno que contenía 15 ppm de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 42]

Etapa (42-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (41-1) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de utilizar 7,74 kg de 2-isopropil fenol y 1,71 kg de urea, y usando 1,21 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina en lugar de hexametilendiamina. Como resultado de añadir 9,67 kg de 4-fenil fenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y analizando el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que la mezcla contenía 9,1 % en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

Etapa (42-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La columna empaquetada 605 se calentó a 240 °C, la presión interna se ajustó a 26 kPa y el condensador se mantuvo a 60 °C. El mismo método que la etapa (42-1) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de alimentar el líquido de reacción obtenido en la etapa (42-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 16,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 8,52 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-(fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y 4-fenil fenol a una proporción estequiométrica de 5,57 veces, 2-isopropil fenol a una proporción estequiométrica de 0,082 veces, y bis((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,029 veces basada en (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-(fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y contenía 0,0011 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-fenilfenil) ésteres del ácido 3-((4-(fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. Además, el rendimiento de (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-(fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 97 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 8,5 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-fenil fenol, 2-isopropil fenol, urea y (4-fenilfenil) carbamato, el contenido de 4-fenil fenol fue aproximadamente 0,43 kg (2,52 mol), el contenido de 2-isopropil fenol fue aproximadamente 6,18 kg (45,4 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 625 g (10,4 mol) y el contenido de (4-fenilfenil) carbamato fue aproximadamente 244 g (1,15 mol). Además, un gas que contenía amoniaco descargado desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,166 g (9,87 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0011 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (42-1) y (42-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (42-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (42-2) fue 75 ppm. El mismo método que la etapa (42-1) se realizó añadiendo 0,788 kg de urea y 0,538 kg de 2-isopropil fenol a la mezcla, transfiriendo al tanque de agitación 603 y usando 1,05 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina. Se obtuvo una mezcla que contenía 9,1 % en peso de isoforona bisurea. El mismo método que la etapa (42-2) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (42-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 96 %.

Etapa (42-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 28.

El aparato de destilación de película fina 802 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 42 se puso en el tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 790 g/h mediante la línea 80. Un componente líquido se extrajo de la línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 802 a través de la línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de isoforona, 2-isopropil fenol y 4-fenil fenol se extrajo de la línea 81 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 804, el 2-isopropil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 809 desde la línea 88 provista en una porción de la columna de destilación 804 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de isoforona se extrajo en la columna de destilación 809, se condensó en el condensador 810, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 809. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 94 g/h.

Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de isoforona que contenía 11 ppm de 4-fenil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 43]

Etapa (43-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (41-1) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de utilizar 3,86 kg de 2-*terc*-butil fenol en lugar de 2-isopropil fenol, usando 2,30 kg de urea, y usando 1,04 kg de 2,4-toluenodiamina en lugar de hexametildiamina. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que la mezcla contenía 5,1 % en peso de 2,4-tolilfenobisurea. Se añadieron 16,4 kg de p-heptil fenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol, y la mezcla se transfirió al tanque de almacenamiento 604.

Etapa (43-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La columna empaquetada 605 se calentó a 280 °C, la presión interna se ajustó a 35 kPa y el condensador se mantuvo a 60 °C. El mismo método que la etapa (41-2) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de alimentar el líquido de reacción obtenido en la etapa (43-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 2,4 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 21,4 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 14,8 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía tolueno-2,4-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y p-heptil fenol a una proporción estequiométrica de 13,0 veces, 2-*terc*-butil fenol a una proporción estequiométrica de 0,054 veces, y bis(p-heptilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,043 veces basada en tolueno-2,4-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0023 veces un compuesto que contiene N basado en el número de tolueno-2,4-di((p-heptilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 60 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de p-heptil fenol, 2-*terc*-butil fenol, urea y (p-heptilfenil) carbamato, el contenido de p-heptil fenol fue aproximadamente 0,154 kg (0,80 mol), el contenido de 2-*terc*-butil fenol fue aproximadamente 3,58 kg (23,9 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 1,14 kg (19,0 mol) y el contenido de (p-heptilfenil) carbamato fue aproximadamente 493 g (2,09 mol). Además, se descargó un gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se

inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,210 g (12,3 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0023 mmol.

5 Cuando se continuaron realizando las etapas (43-1) y (43-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

10 Etapa (43-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de isocianato se realizó utilizando el aparato mostrado en la FIG. 28.

15 El aparato de destilación de película fina 802 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 43 se puso en el tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1430 g/h mediante la línea 80. Un componente líquido se extrajo de la línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo
20 al aparato de destilación de película fina 802 a través de la línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de 2,4-tolileno, 2-*terc*-butil fenol y p-heptil fenol se extrajo de la línea 81 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 804, el 2-*terc*-butil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 809 desde la línea 88 provista en una porción de la columna de destilación 804 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un
25 componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de 2,4-tolileno se extrajo en la columna de destilación 809, se condensó en el condensador 810, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 809. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 812 a la velocidad de aproximadamente 73 g/h.

30 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 812 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 80 ppm de p-heptil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 44]

35 Etapa (44-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (41-1) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de utilizar 4,19 kg de 2,6-diisopropil fenol en lugar de 2-isopropil fenol, usando 1,17 kg de urea, y usando 1,33 kg de 4,4'-metilenedianilina en lugar de hexametildiamina. Se añadieron 16,4 kg de p-nonil fenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y la mezcla se transfirió al tanque de almacenamiento 604. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía
40 líquida, se descubrió que la mezcla contenía 10,4 % en peso de 4,4'-metanodiildifenildiurea.

Etapa (44-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

45 La columna empaquetada 605 se calentó a 280 °C, la presión interna se ajustó a 26 kPa y el condensador se mantuvo a 60 °C. El mismo método que la etapa (41-2) se realizó con la excepción de alimentar el líquido de reacción obtenido en la etapa (44-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 17,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue
50 12,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((p-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y p-nonil fenol a una proporción estequiométrica de 6,38 veces, 2,6-diisopropil fenol a una proporción estequiométrica de 0,40 veces, y bis(p-nonilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,038 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((p-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0078 veces un compuesto que contiene N
55 basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((p-nonilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'- metanodiil-difenil)-di((p-nonilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenedianilina fue aproximadamente 88 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 4,9 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de p-nonil fenol, 2,6-diisopropil fenol, urea y (p-nonilfenil) carbamato, el contenido de p-nonil fenol fue aproximadamente 0,240 kg (1,05 mol), el contenido de 2,6-
60 diisopropil fenol fue aproximadamente 3,54 kg (19,9 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 340 g (5,66 mol) y el contenido de (p-nonilfenil) carbamato fue aproximadamente 105 g (0,40 mol). Además, se descargó un gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del
65 gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,180 g (10,6 mmol). Además, cuando

el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0069 mmol.

5 Cuando se continuaron realizando las etapas (44-1) y (44-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (44-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

10 La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (44-2) fue 43 ppm. El mismo método que la etapa (44-1) se realizó añadiendo 0,884 kg de urea y 0,925 kg de 2,6-diisopropil fenol a la mezcla, transfiriendo al tanque de agitación 603 y usando 1,42 kg de 4,4'-metilenodianilina. Se obtuvo una solución que contenía 10,1 % en peso de 4,4'-metanodiildifenildiurea. El mismo método que la etapa (44-2) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (44-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((p-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((p-nonilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenodianilina fue aproximadamente 88 %.

20 Etapa (44-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 29.

25 El aparato de destilación de película fina 1002 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 44 se puso en el tanque de almacenamiento 1001 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1090 g/h mediante la línea A1. Un componente líquido se extrajo de la línea A2 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1003. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 1003 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de la línea A3. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de 4,4'-difenilmetano, 2,6-diisopropil fenol y 4-nonil fenol se extrajo de la línea A4 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 1002. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 1004, el 2,6-diisopropil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1009 desde la línea A8 provista en una porción de la columna de destilación 1004 inferior a la porción de alimentación de la misma. Se separó 4-nonil fenol por destilación en la columna de destilación 1009, y la fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1014 a través de la línea A12 provista en una porción de la columna de destilación 1009 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía disocianato de 4,4'-difenilmetano se extrajo en la columna de destilación 1014, se condensó en el condensador 1015, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 1014. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 1019 a la velocidad de aproximadamente 110 g/h.

45 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 1019 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diisocianato de 4,4'-difenilmetano que contenía 105 ppm de 4-nonil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 45]

50 Etapa (45-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (41-1) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de utilizar 6,23 kg de 2-*terc*-amil fenol en lugar de 2-isopropil fenol, usando 1,44 kg de urea, y usando 1,33 kg de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) en lugar de hexametildiamina. Se añadieron 11,8 kg de 4-fenil fenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y la mezcla se transfirió al tanque de almacenamiento 604. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que la mezcla contenía 9,0 % en peso de 4,4'-metanodiildiciclohexildiurea.

Etapa (45-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

60 La columna empaquetada 605 se calentó a 270 °C, la presión interna se ajustó a 13 kPa y el condensador se mantuvo a 60 °C. El mismo método que la etapa (41-2) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de alimentar el líquido de reacción obtenido en la etapa (45-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 1,7 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 19,1 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 11,8 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y 4-fenil fenol a una proporción estequiométrica de 9,56 veces, 2-*terc*-amil fenol

a una proporción estequiométrica de 0,068 veces, y bis(4-fenilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,088 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0094 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((4-fenilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-diciclohexil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'- metilenobis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 88 %. La cantidad de amoniaco contenido en el líquido de reacción fue 8,9 ppm. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-fenil fenol, 2-*terc*-amil fenol, urea y (4-fenilfenil) carbamato, el contenido de 4-fenil fenol fue aproximadamente 0,275 kg (1,62 mol), el contenido de 2-*terc*-amil fenol fue aproximadamente 5,71 kg (34,1 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 590 g (9,84 mol) y el contenido de (4-fenilfenil) carbamato fue aproximadamente 180 g (0,84 mol). Además, se descargó un gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,164 g (9,67 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0033 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (45-1) y (45-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

20 Etapa (45-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido Reutilizando la Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 609 en la etapa (45-2) fue 42 ppm. El mismo método que la etapa (45-1) se realizó añadiendo 1,32 kg de urea a la mezcla, transfiriendo al tanque de agitación 603 y usando 1,22 kg de 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina). Se obtuvo una solución que contenía 9,2 % en peso de 4,4'-metanodiildiciclohexildiurea. El mismo método que la etapa (45-2) se realizó usando esta solución en lugar de la solución de la etapa (45-1). El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 contenía N,N'-(4,4'-metanodiildiciclohexil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiildiciclohexil)-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenobis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 88 %.

Etapa (45-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

35 Se usó el aparato mostrado en la FIG. 29.

El aparato de destilación de película fina 1002 se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 45 se puso en el tanque de almacenamiento 1001 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1120 g/h mediante la línea A1. Un componente líquido se extrajo de la línea A2 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1003. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 1003 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de la línea A3. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de diciclohexilmetano, 2-*terc*-amil fenol y 4-fenil fenol se extrajo de la línea A4 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 1002. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 1004, el 2-*terc*-amil fenol se separó por destilación, y una fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1009 desde la línea A8 provista en una porción de la columna de destilación 1004 inferior a la porción de alimentación de la misma. Se separó 4-fenil fenol por destilación en la columna de destilación 1009, y la fase líquida se alimentó a la columna de destilación 1014 a través de la línea A12 provista en una porción de la columna de destilación 1009 inferior a la porción de alimentación de la misma. Un componente de fase gaseosa que contenía diisocianato de diciclohexilmetano se extrajo en la columna de destilación 1014, se condensó en el condensador 1015, y una porción del condensado se devolvió a la columna de destilación 1014. El condensado se obtuvo en el tanque de almacenamiento 1019 a la velocidad de aproximadamente 111 g/h.

55 Cuando el condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 1019 se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que era diciclohexilmetano diisocianato que contenía 80 ppm de 4-fenil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 46]

60 Etapa (46-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se usó el aparato utilizado en la FIG. 24.

65 Se mezclaron 16,7 kg de un disolvente (1-nonanol) y 3,34 kg de urea en el tanque de almacenamiento 401 calentado a 90 °C con la línea 43 cerrada, y el líquido mixto se transfirió al tanque de agitación 403 calentado a 90 °C. Mientras

se agitaba el tanque de agitación 403, se suministraron 1,08 kg de anilina desde el tanque de almacenamiento 402 al tanque de agitación 403 a través de una línea 42 a la velocidad de aproximadamente 12 g/min. Después de finalizar el suministro de la anilina, se realizó agitación durante aproximadamente 28 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente 6,8 % en peso de fenilurea. La concentración de amoniaco en el líquido de reacción fue 7900 ppm. No se detectaron grupos amino sin reaccionar. Después de la reacción, se añadieron 25,9 kg de un compuesto hidroxil aromático en forma de 2-fenilo fenol para obtener un líquido mixto. La proporción del número de compuesto hidroxil aromáticos con respecto al número de grupos ureido en el líquido mixto fue 6,6. Después, se abrió la línea 43 y el líquido mixto se transfirió al tanque de almacenamiento 404 a través de la línea 43.

Etapa (46-2): Producción de Mono(-O-R² Éster) del Ácido Carbámico N-sustituido

La columna empaquetada 405, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3) se calentó a 210 °C, y la presión en el interior de la columna se ajustó a 50 kPa. El líquido de reacción obtenido en la etapa (46-1) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 1,2 g/min desde la línea 44 provista en la columna empaquetada 405. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 29,6 kg. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 410 a través de la línea 46 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 405. Un componente de fase gaseosa se condensó desde la línea 45 provista en la parte superior de la columna empaquetada 405 con el condensador 406, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 409 mediante el separador de gas-líquido 408. Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 409 se analizó por RMN ¹H, se descubrió que el componente condensado contenía urea y 1-nonanol. La proporción estequiométrica de 1-nonanol con respecto a urea fue 3,4. La cantidad de líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento 410 fue 15,7 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que contenía (noniléster) del ácido N-fenil carbámico, y el rendimiento de (noniléster) del ácido N-fenil carbámico basado en anilina fue aproximadamente 91 %. Por otro lado, se descargó un gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 408 mediante la línea 47. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,139 g (8,2 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0022 mmol.

Etapa (46-3): Producción de Mono(-O-Ar Éster) del Ácido Carbámico N-sustituido mediante una Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

La mezcla obtenida en la etapa (46-2) se recuperó en un tanque de almacenamiento 1201. Una columna empaquetada 1202, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), que tiene un diámetro interno de 20 mm y que tiene una altura de 4000 mm se calentó a 260 °C, y la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa. El líquido de reacción obtenido en la etapa (46-2) se alimentó desde una línea C1 provista en una columna empaquetada 1202 a la velocidad de aproximadamente 1,9 g/min. El líquido de reacción se recuperó en un tanque de almacenamiento 1205 a través de una línea C4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en un condensador 1203 desde una línea C3 provista en la parte superior de la columna empaquetada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en un tanque de almacenamiento 1204 a través de un separador de gas-líquido 1207. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 1205 fue 26,8 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía ((2-fenilfenil) éster) del ácido N-fenil carbámico, y el rendimiento de ((2-fenilfenil) éster) del ácido N-fenil carbámico basado en anilina fue aproximadamente 89 %.

Cuando se continuaron realizando las etapas (46-1) y (46-3), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (46-4): Condensación de Mono(-O-Ar Éster) del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 30.

El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 1205 en la etapa (46-3) se cargó en el tanque de agitación 1108. El tanque de agitación 1108 se calentó a 160 °C y la presión interna se ajustó a 1 kPa para destilar 2-fenil fenol. El 2-fenilo fenol se condensó en el condensador 1105 mediante la línea B4 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1107. A continuación, se añadieron 2,04 kg de metilal desde el tanque de almacenamiento 1100, 1,94 kg de nitrobenzol desde el tanque de almacenamiento 1101 y 1,02 kg de ácido sulfúrico desde el tanque de almacenamiento 1102 al tanque de agitación 1108, seguido de calentamiento durante 24 horas a 90 °C mientras se agitaba el tanque de agitación 1108. Después, la presión interior del tanque de agitación 1108 se redujo para retirar por destilación el disolvente y sustancias sin reaccionar. Cuando el compuesto resultante se analizó por cromatografía

líquida, se descubrió que era una mezcla que contenía aproximadamente 53 % en peso de N,N'-(metanodiiil-difenil)-bis((2-fenilfenil) éster del ácido carbámico).

5 Etapa (46-5): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Aril Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 29.

10 Un aparato de destilación de película fina 1002 (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m² se calentó a 260 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,5 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 1104 en la etapa (46-4) se puso en el tanque de almacenamiento 1001 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1200 g/h mediante la línea A1. Un componente líquido se extrajo de la línea A4 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1003. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 1003 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de la línea A3. Un componente gaseoso se extrajo desde la línea A4 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 1002.

15 El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 1004, y los componentes de bajo punto de ebullición se separaron por destilación. Un componente de fase líquida se suministró a la columna de destilación 1009 desde la línea A8 provista en una porción de la columna de destilación 1004 inferior a la línea de alimentación y se sometió adicionalmente a separación destilativa. El componente de fase líquida se suministró a la columna de destilación 1014 desde la línea A12 provista en una porción de la columna de destilación 1009 inferior a la línea de alimentación y se sometió adicionalmente a separación destilativa.

20 Un componente gaseoso se extrajo desde la línea A13 provista en la parte superior de la columna de destilación 1014 y se condensó en el condensador 1015, y el condensado se recuperó en el tanque de almacenamiento 1019. Cuando el condensado se analizó por RMN ¹H, se descubrió que era una solución que contenía aproximadamente un 99 % en peso de 4,4'-difenilmetano diisocianato (MDI). El rendimiento basado en anilina fue aproximadamente 54 %.

30 [Ejemplo 47]

Etapa (47-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se usó el aparato utilizado en la FIG. 24.

35 Se mezclaron 25,4 kg de un disolvente (1-heptanol) y 3,50 kg de urea en el tanque de almacenamiento 401 calentado a 90 °C con la línea 43 cerrada, y el líquido mixto se transfirió al tanque de agitación 403 calentado a 90 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 403, se suministraron 1,13 kg de anilina desde el tanque de almacenamiento 402 al tanque de agitación 403 a través de la línea 42 a la velocidad de aproximadamente 18 g/min. Después de finalizar el suministro de la anilina, se realizó agitación durante aproximadamente 28 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente 7,4 % en peso de fenilurea. La concentración de amoniaco en el líquido de reacción fue 8300 ppm. No se detectaron grupos amino sin reaccionar.

45 Después, se abrió la línea 43 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 404 a través de la línea 43.

Etapa (47-2): Producción de Mono(-O-R² Éster) del Ácido Carbámico N-sustituido

50 La columna empaquetada 405, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), y que tiene un diámetro interno de 40 mm y una altura de 4000 mm se calentó a 190 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 50 kPa. El líquido de reacción obtenido en la etapa (47-1) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 1,0 g/min desde la línea 44 provista en la columna empaquetada 405. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 28,0 kg. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 410 a través de la línea 46 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 405. Un componente de fase gaseosa se condensó desde la línea 45 provista en la parte superior de la columna empaquetada 405 con el condensador 406, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 409 mediante el separador de gas-líquido 408. Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 409 se analizó por RMN ¹H, se descubrió que el componente condensado contenía urea y 1-heptanol. La proporción estequiométrica de 1-heptanol con respecto a urea fue 4,2. La cantidad de líquido de reacción recuperado en un tanque de almacenamiento 410 fue 13,8 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que contenía (1-heptil) éster del ácido N-fenil carbámico, y el rendimiento de (1-heptil) éster del ácido N-fenil carbámico basado en anilina fue aproximadamente 90 %. Por otro lado, se descargó un gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 408 mediante la línea 47. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes

del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,151 g (8,9 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0022 mmol.

- 5 Cuando se continuaron realizando las etapas (47-1) y (47-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (47-3): Condensación de Mono(-O-R² Éster) del Ácido Carbámico N-sustituido

- 10 Se usó el aparato mostrado en la FIG. 30.

El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 410 en la etapa (47-2) se cargó en el tanque de agitación 1108. El tanque de agitación 1108 se calentó a 160 °C y la presión interna se ajustó a 10 kPa para destilar 1-heptanol. El 1-heptanol se condensó en el condensador 1105 mediante la línea B4 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1107. A continuación, se añadieron 1,30 kg de metilal desde el tanque de almacenamiento 1100, 7,34 kg de nitrobenzol desde el tanque de almacenamiento 1101 y 13,3 kg de ácido sulfúrico desde el tanque de almacenamiento 1102 al tanque de agitación 1108, seguido de calentamiento durante 10 horas a 100 °C mientras se agitaba el tanque de agitación 1108. Después, la presión interior del tanque de agitación 1008 se redujo para retirar por destilación el disolvente y sustancias sin reaccionar. Cuando el compuesto resultante se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que era una mezcla que contenía aproximadamente 63 % en peso de N,N'-(metanodiil-difenil)-bis(octil éster del ácido carbámico).

Etapa (47-4): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido mediante una Reacción de Transesterificación

- 25 Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

La mezcla obtenida en la etapa (47-3) se mezcló con 24,2 kg de 2,4-di-*terc*-amil fenilo (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) y se cargó en el tanque de almacenamiento 1201. Una columna empaquetada 1202, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), que tiene un diámetro interno de 20 mm y que tiene una altura de 4000 mm se calentó a 250 °C, y la presión en el interior de la columna se ajustó a 20 kPa. El líquido de reacción obtenido en la etapa (47-3) se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empaquetada 1202 a la velocidad de aproximadamente 1,3 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1205 a través de la línea C4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C3 provista en la parte superior de la columna empaquetada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 1205 fue 25,0 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era a solución que contenía N,N'-(metanodiil-difenil)-bis((2,4-di-*terc*-amilfenil) éster del ácido carbámico).

Etapa (47-5): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Aril Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

- 45 Se usó el aparato mostrado en la FIG. 29.

El aparato de destilación de película fina 1002 (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m² se calentó a 260 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,5 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 1204 en la etapa (47-4) se puso en el tanque de almacenamiento 1001 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1200 g/h mediante la línea A1. Un componente líquido se extrajo de la línea A2 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 1002 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 1003. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 1003 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 1002 a través de la línea A3. Un componente gaseoso se extrajo desde la línea A4 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 1002. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 1004, y los componentes de bajo punto de ebullición se separaron por destilación. Un componente de fase líquida se suministró a la columna de destilación 1009 desde la línea A8 provista en una porción de la columna de destilación 1004 inferior a la línea de alimentación y se sometió adicionalmente a separación destilativa. El componente de fase líquida se suministró a la columna de destilación 1014 desde la línea A12 provista en una porción de la columna de destilación 1009 inferior a la línea de alimentación y se sometió adicionalmente a separación destilativa.

Un componente gaseoso se extrajo desde la línea A13 provista en la parte superior de la columna de destilación 1014 y se condensó en el condensador 1015, y el condensado se recuperó en el tanque de almacenamiento 1019. Cuando el condensado se analizó por RMN ¹H, se descubrió que era una solución que contenía aproximadamente 47 % en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano. El rendimiento basado en anilina fue aproximadamente 47 %.

[Ejemplo 48]

Etapa (48-1): Etapa de Regeneración de Urea

5 Ejemplo 1 se realizó repetidamente, y el amoníaco obtenido desde la línea 5 en la etapa (1-1) se recuperó en forma de amoníaco líquido usando un aparato de licuefacción.

10 El amoníaco líquido presurizado a 17,6 MPa y calentado a 150 °C a 3,44 kg/h, dióxido de carbono presurizado a 17,6 MPa a 2,20 kg/h, y un condensado que se describirá más adelante se suministraron a un tubo de síntesis de urea 1401 y se hicieron reaccionar a 190 °C.

15 La solución de síntesis de urea descargada desde el tubo de síntesis de urea se suministró a un desintegrados de alta presión 1402 mientras se ponía en contacto simultáneamente con dióxido de carbono suministrado a la velocidad de 2,20 kg/h desde una línea 21 para descomponer sustancias no convertidas a 195 °C, y una mezcla gaseosa que contenía amoníaco a 4,26 kg/h, dióxido de carbono a 2,43 kg/h y agua a 0,50 kg/h se separó de una solución acuosa de urea que contenía urea a 6,0 kg/h, amoníaco a 2,88 kg/h, dióxido de carbono a 2,34 kg/h y agua a 3,01 kg/h. La solución acuosa de urea se despresurizó a 1,76 MPa y se despresurizó adicionalmente a 0,20 MPa para separar sustancias no convertidas residuales y después se aplicó al tratamiento final para obtener urea a la velocidad de 6,0 kg/h. Las sustancias no convertidas separadas se adsorbieron con agua para obtener una solución acuosa de carbamato de amonio a 1,76 MPa que contenía amoníaco a 2,84 kg/h, dióxido de carbono a 2,34 kg/h y agua a 1,21 kg/h.

20 La mezcla gaseosa mencionada anteriormente se suministró a un condensador 1403 para aspirar y presurizar la solución acuosa de carbamato de amonio presurizada a 17,6 MPa. El condensado resultante se recirculó al tubo de síntesis de urea 1401.

Etapa (48-2): Reutilización de Urea Regenerada

30 El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de utilizar 240 g de hexametildiamina, 8510 g de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 501 g de la urea producida en la etapa (48-1). El rendimiento de bis(4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido N,N'-hexanodil-dicarbámico en hexametildiamina fue aproximadamente 92 %.

[Ejemplo 49]

35

Etapa (49-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

40 Se mezclaron 1,22 kg de hexametildiamina, 43,3 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 2,40 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 240 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 60 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 90 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. Cuando habían transcurrido 10 horas después de haber estabilizado las condiciones de funcionamiento, el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104 se muestreó, y cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente muestreado, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y urea, y la proporción estequiométrica de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol con respecto a urea fue 2,5. Un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,253 g (14,9 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,447 mmol. El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento 105 contenía N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 90 %. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoníaco.

60 Cuando se continuó realizando la etapa anterior, la línea de descarga de amoníaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 330 días.

65

[Ejemplo 50]

Etapa (50-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (49-1) del Ejemplo 49 se realizó con la excepción de utilizar 1,33 kg de hexametildiamina, 47,2 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 2,61 kg de urea, y manteniendo el condensador 103 a aproximadamente 105 °C. Cuando habían transcurrido 10 horas después de haber estabilizado las condiciones de funcionamiento, el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104 se muestreó, y cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente muestreado, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y urea, y la proporción estequiométrica de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol con respecto a urea fue 3,1. Un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,251 g (14,8 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 1,33 mmol. El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento 105 contenía N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 90 %. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoniaco.

Cuando se continuó realizando la etapa anterior, la línea de descarga de amoniaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 302 días.

[Ejemplo 51]

Etapa (51-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (49-1) del Ejemplo 49 se realizó con la excepción de utilizar 1,23 kg de hexametildiamina, 43,6 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 2,42 kg de urea, y manteniendo el condensador 103 a aproximadamente 110 °C. Cuando habían transcurrido 10 horas después de haber estabilizado las condiciones de funcionamiento, el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104 se muestreó, y cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente muestreado, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y urea, y la proporción estequiométrica de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol con respecto a urea fue 3,2. Un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,255 g (15,0 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 2,89 mmol.

El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento 105 contenía N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 90 %. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoniaco.

Cuando se continuó realizando la etapa anterior, la línea de descarga de amoniaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 245 días.

[Ejemplo 52]

Etapa (52-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

Se mezclaron 1,14 kg de hexametildiamina, 40,4 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 2,24 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 240 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 60 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 125 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. Cuando habían transcurrido 10 horas después de haber estabilizado las condiciones de funcionamiento, el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104 se muestreó, y cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente muestreado, se descubrió que era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y urea, y la proporción estequiométrica de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol con respecto a urea fue 2,56. Un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de

almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,24 g (14,4 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 5,76 mmol.

5 El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento 105 contenía N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 90 %. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoníaco.

10 Cuando se continuó realizando la etapa anterior, la línea de descarga de amoníaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 221 días.

[Ejemplo 53]

15 Etapa (53-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 1.

20 Se mezclaron 1,38 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 42,5 kg de p-dodecil fenol y 1,85 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 255 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 30 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a

25 aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. La solución recuperada en el tanque de almacenamiento 105 contenía (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, y el rendimiento de (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 91 %. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoníaco. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2

30 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 60 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. Cuando habían transcurrido 10 horas después de haber estabilizado las condiciones de funcionamiento, el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104 se muestreó, y cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente muestreado, se descubrió que era una mezcla de p-dodecil fenol y urea, y la proporción estequiométrica de p-dodecil fenol con respecto a urea fue 2,23. Un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,24 g (13,7 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,34 mmol.

40

Cuando se continuó realizando la etapa anterior, la línea de descarga de amoníaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 311 días.

45 [Ejemplo 54]

Etapa (54-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

50 Se mezclaron 1,22 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 37,6 kg de p-dodecil fenol y 1,64 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 240 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 35 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a

55 aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. La solución recuperada en el tanque de almacenamiento 105 contenía (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico, y el rendimiento de (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexilcarbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 91 %. El líquido de reacción contenía 7,9 ppm de amoníaco. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2

60 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 50 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. Cuando habían transcurrido 10 horas después de haber estabilizado las condiciones de funcionamiento, el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104 se muestreó, y cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente muestreado, se descubrió que era una mezcla de p-dodecil fenol y urea, y la proporción estequiométrica

65

de p-dodecil fenol con respecto a urea fue 2,23. Un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,19 g (11,3 mmol). Además, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,170 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa anterior, no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo 55]

Etapa (55-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

Se mezclaron 1,10 kg de hexametildiamina, 33,0 kg de 1-nonanol y 2,10 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 220 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 50 kPa, un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 50 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 31,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía N,N'-hexanodil-di(nonil éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(nonil éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 91 %. El líquido de reacción contenía 7,5 ppm de amoniaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 1-nonanol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,47 kg (24,5 mol) y el contenido de 1-nonanol fue 4,13 kg (28,6 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,42 g (23,6 mmol). Además, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 22,4 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (55-1) anterior, la línea de descarga de amoniaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 172 días.

Etapa (55-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

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

Se añadieron 1,33 kg de hexametildiamina, 29,0 kg de 1-nonanol y 1,14 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (55-1) para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (55-1) se realizó usando esta solución de material de partida. El rendimiento de N,N'-hexanodil-di(nonil éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 91 %.

Etapa (55-3): Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

Se añadieron 21,5 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol a la mezcla obtenida en la etapa (55-2) para obtener una solución homogénea y después se cargaron en el tanque de almacenamiento 1201. Una columna empaquetada 1202, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), que tiene un diámetro interno de 20 mm y que tiene una altura de 4000 mm se calentó a 260 °C, y la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa. El líquido de reacción almacenado en el tanque de almacenamiento 1204 se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empaquetada 1202 a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1205 a través de la línea C4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-

tetrametilbutil)fenilo éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-(hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 89 %.

Etapa (55-4): Producción de Isocianato

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando el líquido de reacción recuperado en la etapa (55-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1790 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 101 g/h. El condensado era diisocianato de hexametileno. El diisocianato de hexametileno se purificó adicionalmente por destilación, y se obtuvo diisocianato de hexametileno en el que no se detectó 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol (por debajo del límite de detección) por análisis de cromatografía de gases. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 56]

Etapa (56-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

Se mezclaron 0,630 kg de hexametilendiamina, 53,0 kg de 2-feniletanol y 1,30 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 220 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 50 kPa, un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 40 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 43,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía N,N'-hexanodiiil-di((2-feniletil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((2-feniletil) éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 91 %. El líquido de reacción contenía 5,5 ppm de amoniaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 2-feniletanol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 0,763 kg (12,7 mol) y el contenido de 2-feniletanol fue 11,7 kg (95,4 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,182 g (10,7 mmol). Además, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,755 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (56-1) anterior, la línea de descarga de amoniaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 320 días.

Etapa (56-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

La producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se realizó utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (56-1).

Se añadieron 0,63 kg de hexametilendiamina, 47,1 kg de 2-feniletanol y 1,10 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (56-1) para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (56-1) se realizó usando esta solución de material de partida. El rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((2-feniletil) éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 91 %.

Etapa (56-3): Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

Se añadieron 21,0 kg de p-dodecil fenol a la mezcla obtenida en la etapa (56-2) para obtener una solución homogénea y después se cargaron en el tanque de almacenamiento 1201. Una columna empaquetada 1202, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), que tiene un diámetro interno de 20 mm y que tiene una altura de 4000 mm se calentó a 250 °C, y la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa. La solución en el tanque de almacenamiento 1201 se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empaquetada 1205 a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1202 a través de la línea C4 provista

en la parte inferior de la columna empaquetada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodil-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 88 %.

Etapa (56-4): Producción de Isocianato

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando la solución obtenida en la etapa (56-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1620 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 87 g/h. El condensado era diisocianato de hexametileno. El diisocianato de hexametileno se purificó adicionalmente por destilación, y se obtuvo diisocianato de hexametileno en el que no se detectó p-dodecil fenol (por debajo del límite de detección) por análisis de cromatografía de gases. Posteriormente, se añadió p-dodecil fenol de manera que la concentración de p-dodecil fenol en el isocianato fue 15 ppm para obtener una mezcla, y se observó decoloración cuando la mezcla se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno.

[Ejemplo 57]

Etapa (57-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

Se mezclaron 1,28 kg de hexametildiamina, 26,9 kg de 2-feniletanol y 2,64 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 220 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 20 kPa, un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 40 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 31,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía N,N'-hexanodil-di((2-feniletil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((2-feniletil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 91 %. El líquido de reacción contenía 3,9 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 2-feniletanol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,55 kg (25,8 mol) y el contenido de 2-feniletanol fue 8,07 kg (66,1 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,46 g (27,3 mmol). Además, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,041 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (57-1) anterior, no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (57-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

La producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se realizó utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (57-1).

Se añadieron 1,28 kg de hexametildiamina, 21,0 kg de 2-feniletanol y 1,10 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (57-1) para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (57-1) se realizó usando esta solución de material de partida. El rendimiento de N,N'-hexanodil-di((2-feniletil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 91 %.

Etapa (57-3): Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

Se añadieron 18,8 kg de p-dodecil fenol y 1,10 kg de urea a la mezcla obtenida en la etapa (57-2) para obtener una solución homogénea y después se cargaron en el tanque de almacenamiento 1201. Una columna empaquetada 1202, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), que tiene un diámetro interno de 20 mm y que tiene una altura de 4000 mm se calentó a 250 °C, y la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento 1201 se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empaquetada 1202 a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1205 a través de la línea C4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodil-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 88 %.

15 Etapa (57-4): Producción de Isocianato

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando la solución obtenida en la etapa (57-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1620 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 87 g/h. El condensado fue diisocianato de hexametileno que contenía 5 ppm de p-dodecil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

25 [Ejemplo 58]

Etapa (58-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se mezclaron 1,19 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 31,5 kg de mono-2-etil hexil éter de etilenglicol y 1,76 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 220 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 50 kPa, un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 2,3 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 70 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 26,6 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía (2-(2-etilhexiloxi)etil) éster del ácido 3-((2-(2-etilhexiloxi)etiloxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (2-(2-etilhexiloxi)etil) éster del ácido 3-((2-(2-etilhexiloxi)etiloxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 90 %. El líquido de reacción contenía 6,9 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de mono-2-etil hexil éter de etilenglicol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,08 kg (18,0 mol) y el contenido de mono-2-etil hexil éter de etilenglicol fue 6,93 kg (40,0 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,35 g (20,4 mmol). Además, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,51 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (58-1) anterior, la línea de descarga de amoníaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 355 días.

55 Etapa (58-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

La producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se realizó utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (58-1).

Se añadieron 1,19 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 24,6 kg de mono-2-etil hexil éter de etilenglicol y 0,68 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (58-1) para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (58-1) se realizó usando esta solución de material de partida. El rendimiento de (2-(2-etilhexiloxi)etil) éster del ácido 3-((2-(2-etilhexiloxi)etiloxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 90 %.

Etapa (58-3): Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

5 Se añadieron 16,5 kg de p-dodecil fenol a la mezcla obtenida en la etapa (58-2) para obtener una solución homogénea y después se cargaron en el tanque de almacenamiento 1201. La columna empaquetada 1202, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), que tiene un diámetro interno de 20 mm y que tiene una altura de 4000 mm se calentó a 250 °C, y la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento 1201 se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empaquetada 1202 a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1205 a través de la línea C4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 86 %.

20 Etapa (58-4): Producción de Isocianato

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando la solución obtenida en la etapa (58-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1820 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 104 g/h. El condensado fue diisocianato de isoforona que contenía 10 ppm de p-dodecil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

30 [Ejemplo 59]

Etapa (59-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

35 Se mezclaron 1,20 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 28,1 kg de decil alcohol y 1,79 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 220 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 50 kPa, un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 2,3 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 70 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 22,8 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía decil éster del ácido 3-(deciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de decil éster del ácido 3-(deciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 90 %. El líquido de reacción contenía 9,0 ppm de amoniaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de decil alcohol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,10 kg (18,3 mol) y el contenido de decil alcohol fue 7,30 kg (46,2 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,39 g (22,9 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,229 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (59-1) anterior, la línea de descarga de amoniaco no se obstruyó incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

60 Etapa (59-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (59-1) fue 39 ppm. La producción de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se realizó usando esta mezcla.

65 Se añadieron 1,21 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 20,6 kg de decil alcohol y 0,69 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (59-1) para obtener una solución de material de

partida. El mismo método que la etapa (59-1) se realizó usando esta solución de material de partida. El rendimiento de decil éster del ácido 3-(deciloxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 90 %.

5 Etapa (59-3): Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

10 Se añadieron 16,5 kg de p-dodecil fenol a la mezcla obtenida en la etapa (59-2) para obtener una solución homogénea y después se cargaron en el tanque de almacenamiento 1201. La columna empaquetada 1202, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3), que tiene un diámetro interno de 20 mm y que tiene una altura de 4000 mm se calentó a 250 °C, y la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento 1201 se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empaquetada 1202 a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1205 a través de la línea C4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 86 %.

25 Etapa (59-4): Producción de Isocianato

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando la solución obtenida en la etapa (59-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1820 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 104 g/h. El condensado fue diisocianato de isoforona que contenía 13,3 ppm de p-dodecil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

35 [Ejemplo 60]

Etapa (60-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

40 Se mezclaron 1050 g de 2,4-toluenodiamina, 37,2 g de 1-nonanol y 2,17 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 200 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 50 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 2,3 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 40 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 29,2 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 1-nonanol a una proporción estequiométrica de 22,2 veces y carbonato de dinonilo a una proporción estequiométrica de 0,011 veces basada en tolueno-2,4-di(nonil éster del ácido carbámico), 0,035 veces un compuesto que contiene N basado en el número de tolueno-2,4-di(nonil ésteres del ácido carbámico), y 5,9 ppm de amoniaco. Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di(nonil éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 90 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 1-nonanol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,33 kg (22,2 mol) y el contenido de 1-nonanol fue 10,0 kg (69,6 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,374 g (22,0 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,044 mmol.

65 Cuando se continuó realizando la etapa (60-1) anterior, la línea de descarga de amoniaco no se obstruyó incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (60-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

La producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se realizó utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (60-1).

Se añadieron 1,05 kg de 2,4-toluenodiamina, 27,2 kg de 1-nonanol y 0,84 kg de urea a la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (60-1) para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (60-1) se realizó usando esta solución de material de partida. El rendimiento de tolueno-2,4-di(nonil éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 90 %.

Etapa (60-3): Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

Se añadieron 18,1 kg de 2,4-di-*terc*-amil fenol y 2,3 kg de dilaurato de dibutylestano a la mezcla obtenida en la etapa (60-2) para obtener una solución homogénea y después se cargó en el tanque de almacenamiento 1201. La columna empaquetada 1202 se calentó a 250 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento 1201 se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empaquetada 1202 a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1205 a través de la línea C4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía tolueno-2,4-di((2,4-di-*terc*-amilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de tolueno-2,4-di((2,4-di-*terc*-amilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 86 %.

Etapa (60-4): Producción de Isocianato

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando la solución obtenida en la etapa (60-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1820 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 91 g/h. El condensado fue diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 23 ppm de 4-di-*terc*-amil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 61]

Etapa (61-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

Se mezclaron 1080 g de 2,4-toluenodiamina, 39,8 kg de 4-fenil-1-butanol y 2,23 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 200 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 50 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 90 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 29,2 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 4-fenil-1-butanol a una proporción estequiométrica de 25,2 veces y carbonato de bis(4-fenilbutilo) a una proporción estequiométrica de 0,003 veces basada en tolueno-2,4-di((4-fenilbutil) éster del ácido carbámico), 0,033 veces un compuesto que contiene N basado en el número de tolueno-2,4-di((4-fenilbutil) ésteres del ácido carbámico), y 8,4 ppm de amoniaco. Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di((4-fenilbutil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 90 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 4-fenil-1-butanol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,37 kg (22,8 mol) y el contenido de 4-fenil-1-butanol fue 7,17 kg (47,7 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,282 g (16,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 15,2 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (61-1) anterior, la línea de descarga de amoniaco se obstruyó después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 160 días.

5 Etapa (61-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

La producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se realizó utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (61-1).

10 La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (61-1) fue 53 ppm. Se añadieron 1,08 kg de 2,4-toluenodiamina, 32,7 kg de 4-fenil-1-butanol y 0,86 kg de urea a esta mezcla para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (61-1) se realizó usando esta solución de material de partida. El rendimiento de tolueno-2,4-di((4-fenilbutil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 90 %.

15 Etapa (61-3): Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

20 Se añadieron 20,3 kg de 4-fenil fenol y 1,3 kg de dilaurato de dibutilestaño a la mezcla obtenida en la etapa (61-2) para obtener una solución homogénea y después se cargó en el tanque de almacenamiento 1201. La columna empaquetada 1202 se calentó a 260 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 30 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento 1201 se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empaquetada 1202 a la velocidad de aproximadamente 2,0 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1205 a través de la línea C4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era a solución que contenía tolueno-2,4-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de tolueno-2,4-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 88 %.

Etapa (61-4): Producción de Isocianato

35 Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando la solución obtenida en la etapa (61-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1620 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 81 g/h. 40 El condensado fue diisocianato de 2,4-tolileno que contenía 923 ppm de 4-fenil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 62]

45 Etapa (62-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

50 Se mezclaron 1340 g de hexametildiamina, 42,1 kg de 2-etil-1-hexanol y 3,12 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 200 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 50 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la 55 línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 30 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 15,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 2-etil-1-hexanol a una proporción estequiométrica de 7,0 veces y bis(2-etilhexil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,022 veces basada en tolueno-2,4-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico), 0,023 veces un compuesto que contiene N basado en el número de tolueno-2,4-di((4-fenilfenil) ésteres del ácido carbámico), y 8,9 ppm de amoniaco. Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di((4-fenilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 90 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN 60 ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 2-etil-1-hexanol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,94 kg (32,4 mol) y el contenido de 2-etil-1-hexanol fue

29,4 kg (226 mol). Además, un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,342 g (20,2 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0033 mmol.

Cuando se continuó realizando la etapa (62-1) anterior, la línea de descarga de amoníaco no se obstruyó incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (62-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

La producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se realizó utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (62-1).

La concentración de amoníaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (62-1) fue 72 ppm. Se añadieron 1,34 kg de hexametilendiamina, 12,6 kg de 2-etil-1-hexanol y 1,17 kg de urea a esta mezcla para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (62-1) se realizó usando esta solución de material de partida. El rendimiento de N,N'-hexanodil-di((2-etilhexil) éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 92 %.

Etapa (62-3): Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

Se añadieron 12,2 kg de 2-naftol y 1,2 kg de dilaurato de dibutilestaño a la mezcla obtenida en la etapa (62-2) para obtener una solución homogénea y después se cargó en el tanque de almacenamiento 1201. La columna empacada 1202 se calentó a 260 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 30 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento 1201 se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empacada 1202 a la velocidad de aproximadamente 2,1 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1205 a través de la línea C4 provista en la parte inferior de la columna empacada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C2 provista en la parte superior de la columna empacada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodil-di((2-naftil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((2-naftil) éster del ácido carbámico) basado en hexametilendiamina fue aproximadamente 89 %.

Etapa (62-4): Producción de Isocianato

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando la solución obtenida en la etapa (62-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1220 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 113 g/h. El condensado fue diisocianato de hexametileno que contenía 20 ppm de 2-naftol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 63]

Etapa (63-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

Se mezclaron 1220 g de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 28,0 kg de 1-octanol y 1,76 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empacada 102 se calentó a 190 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a aproximadamente 30 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empacada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 2,2 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empacada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empacada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 30 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 21,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía 1-octanol a una proporción estequiométrica de 20,0 veces y carbonato de dioctilo

a una proporción estequiométrica de 0,0043 veces basada en (1-octil) éster del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-triciclohexil carbámico, 0,039 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (1-octil) ésteres del ácido t3-((1-octiloxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-triciclohexil carbámico, y 4,9 ppm de amoniaco. Además, el rendimiento de (1-octil) éster del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-triciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 92 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 1-octanol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,04 kg (17,2 mol) y el contenido de 1-octanol fue 8,96 kg (68,8 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,402 g (23,3 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0028 mmol.

15 Cuando se continuó realizando la etapa (63-1) anterior, la línea de descarga de amoniaco no se obstruyó incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (63-2): Reutilización de Mezcla Obtenida en el Condensador

20 La producción de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se realizó utilizando la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (63-1).

25 La concentración de amoniaco en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (63-1) fue 59 ppm. Se añadieron 1,22 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 19,0 kg de 1-octanol y 0,73 kg de urea a esta mezcla para obtener una solución de material de partida. El mismo método que la etapa (63-1) se realizó usando esta solución de material de partida. El rendimiento de (1-octil) éster del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-triciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 92 %.

30 Etapa (63-3): Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

35 Se añadieron 11,2 kg de 4-cumil fenol y 1,3 kg de dilaurato de dibutilestaño a la mezcla obtenida en la etapa (63-2) para obtener una solución homogénea y después se cargó en el tanque de almacenamiento 1201. La columna empacada 1202 se calentó a 260 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 30 kPa. La solución obtenida en el tanque de almacenamiento 1201 se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empacada 1202 a la velocidad de aproximadamente 2,2 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1205 a través de la línea C4 provista en la parte inferior de la columna empacada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C2 provista en la parte superior de la columna empacada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una solución que contenía (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (4-cumilfenil) éster del ácido 3-((4-cumilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 87 %.

Etapa (63-4): Producción de Isocianato

50 Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa y suministrando la solución obtenida en la etapa (63-3) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1380 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 113 g/h. El condensado fue diisocianato de isoforona que contenía 2 ppm de 4-cumil fenol. Aunque el isocianato se almacenó durante 630 días a temperaturas normales en una atmósfera de nitrógeno, no se observó decoloración.

[Ejemplo 64]

60 Etapa (64-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 26.

65 Se mezclaron 21,7 kg de 2-etil-1-hexanol y 2,50 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 120 °C con la línea 63 cerrada, y la mezcla se transfirió al tanque de agitación 603 calentado a 120 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 603, se suministraron 1,42 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina desde el tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 10 g/min.

Después de finalizar el suministro de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, se realizó agitación durante aproximadamente 2 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente 7,9 % en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue 6600 ppm. Se añadieron 21,8 kg de un compuesto hidroxil aromático en forma de p-dodecil fenol desde el tanque de almacenamiento 601 para obtener una solución homogénea. Después, se abrió la línea 63 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 604 a través de la línea 63.

Etapa (64-2): Producción de -O-R² Éster del Ácido Carbámico N-sustituido y Recuperación de Urea

La columna empaquetada 605 se calentó a 190 °C. Se añadió dilaurato de dibutil estaño a 0,1 % en peso al líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) desde la línea 64 provista en la columna empaquetada 605 para obtener un líquido mixto. El líquido se alimentó a la velocidad de aproximadamente 2,2 g/min. El líquido mixto se recuperó en el tanque de almacenamiento 610 a través de la línea 66 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 605. Un componente de fase gaseosa se condensó en el condensador 606 (mantenido a aproximadamente 30 °C) desde la línea 65 provista en la parte superior de la columna empaquetada 605, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 609 a través del separador de gas-líquido 608. Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 se analizó por RMN ¹H, se descubrió que el componente condensado contenía 2-etil-1-hexanol, urea y (2-etilbutilhexil) carbamato, y el componente condensado contenía 11,2 kg (86,1 mol) de 2-etil-1-hexanol, 1,51 kg (23,9 mol) de urea y 0,24 kg (1,26 mol) de (2-etilhexil) carbamato. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 45,4 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía (2-etilhexil) éster del ácido 3-((2-etilhexiloxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (2-etilhexil) éster del ácido 3-((2-etilhexiloxi)carbonilamidometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 83 %. Además, el líquido de reacción contenía 10 ppm de amoníaco.

Además, un gas que contenía amoníaco se descargó desde la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,111 g (6,51 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0022 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas anteriores (64-1) y (64-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (64-3): Reacción de Transesterificación

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 31.

La columna empaquetada 1202, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3) se calentó a 260 °C y la presión interna se ajustó a 26 kPa. El líquido mixto en el tanque de almacenamiento 1201 se alimentó desde la línea C1 provista en la columna empaquetada 1202 a la velocidad de aproximadamente 1,9 g/min. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 1205 a través de la línea C4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 1202. Un componente de fase gaseosa se introdujo en el condensador 1203 desde la línea C2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 1202, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 1204 a través del separador de gas-líquido 1207. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 1205 fue 25,0 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era a solución que contenía (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (p-dodecilfenil) éster del ácido 3-((p-dodecilfenoxi)carbonilamidometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 78 %.

Etapa (64-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 28.

El aparato de destilación de película fina 802 que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m² se calentó a 220 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 1,3 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 1210 en la etapa (64-3) se puso en el tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1790 g/h mediante la línea 80. Un componente líquido se extrajo de la línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 802 a través de la línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de isoforona y p-dodecil fenol se extrajo de la línea 81 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso

se introdujo en la columna de destilación 804, y los componentes de bajo punto de ebullición se separaron por destilación. A componente de fase líquida se suministró a la columna de destilación 809 desde la línea 88 provista en la columna de destilación 804 en una porción superior a la línea de alimentación, y se sometió adicionalmente a separación destilativa. El componente de fase gaseosa se condensó en el condensador 810 a través de la línea 89 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 812 a través del separador de gas-líquido 811.

Cuando el condensado se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que contenía aproximadamente 99 % en peso de diisocianato de isofoforona. El rendimiento basado en amina orgánica (3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina) fue aproximadamente 70 %.

[Ejemplo 65]

Etapa (65-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (64-1) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar 15,2 kg de 2-feniletanol en lugar de 2-etil-1-hexanol usando 2,29 kg de urea, usando 1,11 kg de hexametildiamina en lugar de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, y ajustando la temperatura del tanque de agitación 603 a 100 °C. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente 8,0 % en peso de N,N'-hexametilendiurea. Además, la concentración de amoniaco en el líquido de reacción fue 7700 ppm. Se añadieron 19,7 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol en lugar de p-dodecil fenol para obtener una solución homogénea.

Etapa (65-2): Producción de -O-R² Éster del Ácido Carbámico N-sustituido y Recuperación de Urea

El mismo método que la etapa (64-2) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar el líquido de reacción obtenido en la etapa (65-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) y calentando la columna empaquetada 605 a 240 °C. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que contenía N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento basado en hexametildiamina fue aproximadamente 73 %. La concentración de amoniaco en el líquido de reacción fue 9 ppm.

Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 se analizó por RMN ¹H, se descubrió que el componente condensado contenía 2-feniletanol, urea y (2-feniletil) carbamato, y el componente condensado contenía 7,96 kg (65,2 mol) de 2-feniletanol, 1,19 kg (18,8 mol) de urea y 0,18 kg (0,99 mol) de (2-feniletil) carbamato. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 23,8 kg.

Además, un gas que contenía amoniaco se descargó desde la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,137 g (8,10 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0013 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas anteriores (65-1) y (65-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (65-3): Reacción de Transesterificación

El mismo método que la etapa (64-3) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 1202 a 220 °C y ajustando la presión interna a 20 kPa. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento basado en hexametildiamina fue 68 %.

Etapa (65-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (64-4) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 220 °C y ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa. Se obtuvo diisocianato de hexametileno en el tanque de almacenamiento 812, y el rendimiento basado en hexametildiamina fue aproximadamente 65 %.

[Ejemplo 66]

Etapa (66-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (64-1) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar 18,9 kg de monobutil éter de dietilenglicol en lugar de 2-etil-1-hexanol, y ajustando la temperatura del tanque de agitación 603 a 120 °C. Como

resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente 7,0 % en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue 5800 ppm. Se añadieron 18,1 kg de 2,4-di-*terc*-amil fenol en lugar de p-dodecil fenol para obtener una solución homogénea.

5

Etapa (66-2): Producción de -O-R² Éster del Ácido Carbámico N-sustituido y Recuperación de Urea

El mismo método que la etapa (64-2) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar el líquido de reacción obtenido en la etapa (66-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) y calentando la columna empacada 605 a 240 °C. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que contenía (2-(2-butiloxi)etiloxi)etiloxi) éster del ácido 3-(((2-(2-butiloxi)etiloxi) etiloxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 75 %. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue 6,2 ppm.

10

15 Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 se analizó por RMN ¹H, se descubrió que el componente condensado contenía monobutil éter de dietilenglicol y urea, y el componente condensado contenía 12,8 kg (79,0 mol) de monobutil éter de dietilenglicol y 1,62 kg (25,7 mol) de urea.

15

Además, un gas que contenía amoníaco se descargó desde la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,109 g (6,42 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0018 mmol.

20

25 Cuando se continuaron realizando las etapas anteriores (66-1) y (66-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

25

Etapa (66-3): Reacción de Transesterificación

30 El mismo método que la etapa (64-3) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar la columna empacada 1202 a 240 °C y ajustando la presión interna a 20 kPa. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía (2,4-di-*terc*-amilfenil) éster del ácido 3-((2,4-di-*terc*-amilfenoxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue 71 %.

35

Etapa (66-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

40 El mismo método que la etapa (64-4) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 230 °C y ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,5 kPa. Se obtuvo diisocianato de isofozona en el tanque de almacenamiento 812, y el rendimiento basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 64 %.

40

[Ejemplo 67]

45

Etapa (67-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (64-1) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar 11,3 kg de 2-etil-1-hexanol, usando 3,29 kg de urea, usando 1,33 kg de 2,4-toluenodiamina en lugar de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, y ajustando la temperatura del tanque de agitación 603 a 70 °C. El líquido de reacción resultante fue una suspensión. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente 8,1 % en peso de 2,4-toluenodiurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue 3400 ppm. Se añadieron 16,7 kg de p-heptil fenol en lugar de p-dodecil fenol para obtener una solución homogénea.

50

55

Etapa (67-2): Producción de -O-Alquil Éster del Ácido Carbámico N-sustituido y Recuperación de Urea

60 El mismo método que la etapa (64-2) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar el líquido de reacción obtenido en la etapa (67-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) y calentando la columna empacada 605 a 210 °C. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que contenía tolueno-2,4-di((2-etilhexil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 52 %. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue 8 ppm.

60

65 Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 se analizó por RMN ¹H, se descubrió que el componente condensado contenía 2-etil-1-hexanol y urea, y el componente condensado contenía 6,93 kg (53,2 mol) de 2-etil-1-hexanol y 1,88 kg (29,5 mol) de urea.

65

Además, un gas que contenía amoníaco se descargó desde la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,134 g (7,87 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,701 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas anteriores (67-1) y (67-2), se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco cuando el tiempo de funcionamiento había excedido 320 días.

Etapla (67-3): Reacción de Transesterificación

El mismo método que la etapa (64-3) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 1202 a 220 °C y ajustando la presión interna a 15 kPa. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía tolueno-2,4-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue 49 %.

Etapla (67-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (64-4) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 210 °C y ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 0,8 kPa. Se obtuvo diisocianato de 2,4-tolileneo en el tanque de almacenamiento 812, y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 44 %.

[Ejemplo 68]

Etapla (68-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (64-1) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar 31,6 kg de ciclohexanol en lugar de 2-etil-1-hexanol, usando 6,34 kg de urea, usando 1,29 kg de 2,4-toluenodiamina en lugar de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, y ajustando la temperatura del tanque de agitación 603 a 90 °C. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente 6,6 % en peso de 2,4-toluenodiurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue 7300 ppm. Se añadieron 17,9 kg de 2-fenil fenol en lugar de p-dodecil fenol para obtener una solución homogénea.

Etapla (68-2): Producción de -O-R² Éster del Ácido Carbámico N-sustituido y Recuperación de Urea

El mismo método que la etapa (64-2) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar el líquido de reacción obtenido en la etapa (68-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) y calentando la columna empaquetada 605 a 220 °C. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que contenía tolueno-2,4-di(ciclohexil éster del ácido carbámico), y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 82 %. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue 5,4 ppm.

Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 se analizó por RMN ¹H, se descubrió que el componente condensado contenía ciclohexanol, urea y carbonato de dicitlohexilo, y el componente condensado contenía 13,0 kg (129 mol) de ciclohexanol, 4,71 kg (73,5 mol) de urea y 0,75 kg (3,92 mol) de carbonato de dicitlohexilo.

Además, un gas que contenía amoníaco se descargó desde la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,147 g (8,64 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,216 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas anteriores (68-1) y (68-2), se observó obstrucción de la línea de descarga de amoníaco cuando el tiempo de funcionamiento había excedido 340 días.

Etapla (68-3): Reacción de Transesterificación

El mismo método que la etapa (64-3) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 1202 a 220 °C y ajustando la presión interna a 25 kPa. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía tolueno-2,4-di((2-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue 79 %.

Etapa (68-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

5 El mismo método que la etapa (64-4) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 200 °C y ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 0,5 kPa. Se obtuvo diisocianato de 2,4-tolileneo en el tanque de almacenamiento 812, y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 71 %.

[Ejemplo 69]

10

Etapa (69-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

15 El mismo método que la etapa (64-1) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar 29,7 kg de 2-feniletanol en lugar de 2-etil-1-hexanol, usando 3,89 kg de urea, usando 1,32 kg de 2,4-toluenodiamina en lugar de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, y ajustando la temperatura del tanque de agitación 603 a 90 °C. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente 6,1 % en peso de 2,4-toluenodiurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue 2800 ppm. Se añadieron 22,3 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol en lugar de p-dodecil fenol para obtener una solución homogénea.

20

Etapa (69-2): Producción de -O-R² Éster del Ácido Carbámico N-sustituido y Recuperación de Urea

25 El mismo método que la etapa (64-2) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar el líquido de reacción obtenido en la etapa (69-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1) y calentando la columna empaquetada 605 a 220 °C. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que contenía tolueno-2,4-di((2-feniletil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 88 %. La concentración de amoníaco en el líquido de reacción fue 5 ppm.

30 Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 se analizó por RMN ¹H, se descubrió que el componente condensado contenía 2-feniletanol, urea y bis(2-feniléter) carbonato, y el componente condensado contenía 13,9 kg (114 mol) de 2-feniletanol, 2,10 kg (33,3 mol) de urea y 0,32 kg (1,75 mol) de bis(2-feniletil) carbonato.

35 Además, un gas que contenía amoníaco se descargó desde la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,124 g (7,31 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 6,21 mmol.

40 Cuando se continuaron realizando las etapas anteriores (69-1) y (69-2), la línea 67 se obstruyó después de 162 días.

Etapa (69-3): Reacción de Transesterificación

45 El mismo método que la etapa (64-3) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 1202 a 220 °C y ajustando la presión interna a 25 kPa. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía tolueno-2,4-di((2-fenilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue 79 %.

50 Etapa (69-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

55 El mismo método que la etapa (64-4) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 200 °C y ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 0,5 kPa. Se obtuvo diisocianato de 2,4-tolileneo en el tanque de almacenamiento 812, y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 74 %.

[Ejemplo 70]

60

Etapa (70-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

65 El mismo método que la etapa (64-1) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar 29,0 kg de isodecil alcohol en lugar de 2-etil-1-hexanol, usando 4,54 kg de urea, usando 1,32 kg de 2,4-toluenodiamina en lugar de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, y ajustando la temperatura del tanque de agitación 603 a 90 °C. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente 6,2 % en peso de 2,4-toluenodiurea. Además, la concentración de amoníaco en el líquido de

reacción fue 3200 ppm. 23,8 kg de p-nonil fenol se añadieron en lugar de p-dodecil fenol para obtener una solución homogénea.

5 Etapa (70-2): Producción de -O-R² Éster del Ácido Carbámico N-sustituido y Recuperación de Urea

5 El mismo método que la etapa (64-2) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de utilizar el líquido de reacción obtenido en la etapa (70-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (64-1), calentando la columna empaquetada 605 a 220 °C, y ajustando la temperatura del condensador a 50 °C. Cuando el líquido de reacción
10 resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que contenía tolueno-2,4-di(isodecil éster del ácido carbámico), y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 88 %. La concentración de amoniaco en el líquido de reacción fue 6,4 ppm.

15 Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 se analizó por RMN ¹H, se descubrió que el componente condensado contenía isodecil alcohol, urea y di(isodecil) carbonato, y el componente condensado contenía 20,8 kg (132 mol) de isodecil alcohol, 3,15 kg (49,8 mol) de urea y 0,57 kg (2,62 mol) de di(isodecil) carbonato.

20 Además, un gas que contenía amoniaco se descargó desde la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,122 g (7,20 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,061 mmol.

25 Cuando se continuaron realizando las etapas anteriores (70-1) y (70-2), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

Etapa (70-3): Reacción de Transesterificación

30 El mismo método que la etapa (64-3) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 1202 a 220 °C y ajustando la presión interna a 25 kPa. Cuando el líquido de reacción resultante se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía tolueno-2,4-di((p-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue 83 %.

35 Etapa (70-4): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

40 El mismo método que la etapa (64-4) del Ejemplo 64 se realizó con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 802 a 200 °C y ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 0,5 kPa. Se obtuvo diisocianato de 2,4-tolileneo en el tanque de almacenamiento 812, y el rendimiento basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 75 %.

[Ejemplo 71]

45 Etapa (71-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

50 El mismo método que la etapa (1-1) del Ejemplo 1 se realizó con la excepción de mezclar 0,830 kg de hexametildiamina, 27,5 kg de p-heptil fenol y 1,72 kg de urea para obtener una solución de material de partida, calentando la columna preempaquetada 102 a 240 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 20 kPa, manteniendo el condensador a aproximadamente 60 °C e introduciendo la solución de material de partida a la velocidad de aproximadamente 1,0 g/min. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-hexanodiiil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y p-heptil fenol a una proporción estequiométrica de 10,8 veces y di(p-heptilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,016 veces basada en N,N'-hexanodiiil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,035 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-hexanodiiil-di((p-heptilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 85 %. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de p-heptil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,09 kg (18,3 mol) y el contenido de p-heptil fenol fue aproximadamente 9,06 kg (47,1 mol). Además,
60 un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,162 g (9,5 mmol). Cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,075 mmol.

65

Cuando se continuó realizando la etapa (71-1), no se observó obstrucción de la línea de descarga de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo 72]

5

Etapa (72-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se mezclaron 39,6 kg de 4-*terc*-amil fenol y 3,29 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 80 °C con la línea 63 cerrada, y la mezcla se transfirió al tanque de agitación 603 calentado a 80 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 603, se suministraron 1,02 kg de anilina desde el tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 10 g/min. Después de finalizar el suministro de la anilina, se realizó agitación durante aproximadamente 28 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 4,5 % en peso de N-fenilurea.

15

Después, se abrió la línea 63 y el líquido de reacción se transfirió al tanque de almacenamiento 604 a través de la línea 63.

20

Etapa (72-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (35-2) del Ejemplo 35 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 605 a 200 °C, ajustando la presión interna de la columna a 10 kPa, manteniendo el condensador a 100 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (72-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (35-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 41,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 26,4 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía (4-*terc*-amilfenil) carbamato de N-fenilo, y 4-*terc*-amil fenol a una proporción estequiométrica de 15,9 veces y di(4-*terc*-amilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0044 veces basada en (4-*terc*-amilfenil) carbamato de N-fenilo, y contenía 0,0191 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-*terc*-amilfenil) carbamatos de N-fenilo. Además, el rendimiento de (4-*terc*-amilfenil) carbamato de N-fenilo basado en anilina fue aproximadamente 82 %. El líquido de reacción contenía 35 ppm de amoniaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-*terc*-amil fenol y urea, el contenido de 4-*terc*-amil fenol fue 12,7 kg (77,9 mol) y el contenido de urea fue aproximadamente 1,95 kg (32,4 mol). Además, se descargó gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,117 g (6,88 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,106 mmol.

35

Cuando se continuaron realizando las etapas (72-1) y (72-2), la línea de extracción de amoniaco no se obstruyó incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

40

[Ejemplo 73]

45

Etapa (73-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (41-1) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de utilizar 6,46 kg de 2-isopropil fenol y 1,42 kg de urea, y usando 1,01 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina en lugar de hexametilendiamina. Se añadieron 8,08 kg de 4-fenil fenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol, y como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 9,1 % en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea.

50

55

Etapa (73-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La columna empaquetada 605 se calentó a 210 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa, y el condensador se mantuvo a 60 °C. El mismo método que la etapa (41-1) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de alimentar el líquido de reacción obtenido en la etapa (73-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 15,8 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 8,3 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi) carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y 4-fenil fenol a una proporción estequiométrica de 7,08 veces y bis(4-fenil fenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,023 veces basada en (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi) carbonilamino-metil)- 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y contenía 0,0021 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-fenilfenil) ésteres del ácido 3-((4-fenilfenoxi) carbonilamino-

60

65

metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. Además, el rendimiento de (4-fenilfenil) éster del ácido 3-((4-fenilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-triciclohexilamina fue aproximadamente 80 %. El líquido de reacción contenía 95 ppm de amoniaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 4-fenil fenol, 2-isopropil fenol, urea y (4-fenilfenil) carbamato, el contenido de 4-fenil fenol fue aproximadamente 0,42 kg (2,46 mol), el contenido de 2-isopropil fenol fue aproximadamente 6,03 kg (44,3 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 637 g (10,6 mol) y el contenido de (4-fenilfenil) carbamato fue aproximadamente 244 g (1,15 mol). Además, se descargó gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,179 g (10,5 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0011 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (73-1) y (73-2), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo 74]

Etapa (74-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (41-1) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de utilizar 4,44 kg de 2,6-diisopropil fenol en lugar de 2-isopropil fenol, usando 1,24 kg de urea, y usando 1,41 kg de 4,4'-metilenodianilina en lugar de hexametildiamina. Se añadieron 12,5 kg de p-nonil fenol en lugar de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol, y después se transfirió al tanque de almacenamiento 604. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 10,4 % en peso de 4,4'-metanodiildifenildiurea.

Etapa (74-2): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La columna empaquetada 605 se calentó a 200 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a 26 kPa, y el condensador se mantuvo a 60 °C. El mismo método que la etapa (41-2) del Ejemplo 41 se realizó con la excepción de alimentar el líquido de reacción obtenido en la etapa (74-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (41-1) a la velocidad de aproximadamente 1,6 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 17,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 12,9 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((p-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y p-nonil fenol a una proporción estequiométrica de 8,83 veces, 2,6-diisopropil fenol a una proporción estequiométrica de 0,041 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((p-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,0082 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiildifenil)-di((p-nonilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiil-difenil)-di((p-nonilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metilenodianilina fue aproximadamente 71 %. El líquido de reacción contenía 110 ppm de amoniaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 609, se descubrió que era una mezcla de 2,6-diisopropil fenol, urea y (p-nonilfenil) carbamato, el contenido de 2,6-diisopropil fenol fue aproximadamente 3,54 kg (19,9 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 370 g (6,20 mol) y el contenido de (p-nonilfenil) carbamato fue aproximadamente 105 g (0,40 mol). Además, se descargó gas que contenía amoniaco desde el separador de gas-líquido 608 mediante la línea 67. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,155 g (9,12 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,0059 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (74-1) y (74-2), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoniaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo 75]

Etapa (75-1): Producción de (4-dodecilfenil) Carbamato

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 23.

El mismo método que la etapa (19-1) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar 44,0 kg de p-dodecil fenol en lugar de 4-heptil fenol y usando 1,57 kg de urea. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 306 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 17,7 % en peso de (p-dodecilfenil) carbamato.

Etapa (75-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

5 El mismo método que la etapa (19-2) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar la mezcla obtenida en la etapa (75-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1), y suministrando 1,28 kg de 2,4-toluenodiamina en lugar de hexametildiamina a la velocidad de aproximadamente 12 g/min.

Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 4,2 % en peso de 2,4-toluenodiuera.

10 Etapa (75-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

15 El mismo método que la etapa (19-3) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 310 a 210 °C, ajustando la presión interna de la columna a 40 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (75-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 2,5 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 41,3 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 fue 31,4 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y p-dodecil fenol a una proporción estequiométrica de 24,2 veces y di((p-dodecilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0002 veces basada en tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,021 veces un compuesto que contiene N basado en el número de tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de tolueno-2,4-di((p-dodecilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 2,4-toluenodiamina fue aproximadamente 61 %. El líquido de reacción contenía 310 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-dodecil fenol, urea y (p-dodecilfenil) carbamato, el contenido de p-dodecil fenol fue 7,57 kg (28,9 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 67,5 g (1,12 mol) y el contenido de (p-dodecilfenil) carbamato fue 1,89 kg (6,20 mol).

30 El amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 a través de la línea 39 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,138 g (8,10 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0020 mmol.

35 Cuando se continuaron realizando las etapas (75-1) a (75-3), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo 76]

40 Etapa (76-1): Producción de (4-etilfenil) Carbamato

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 23.

45 El mismo método que la etapa (19-1) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar 42,3 kg de 4-etil fenol en lugar de 4-heptil fenol y usando 2,08 kg de urea. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 306 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 13,0 % en peso de (4-etilfenil) carbamato.

50 Etapa (76-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (19-2) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar la mezcla obtenida en la etapa (76-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1), y suministrando 2,15 kg de anilina en lugar de hexametildiamina a la velocidad de aproximadamente 10 g/min.

55 Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 8,0 % en peso de N-fenilurea.

Etapa (76-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

60 El mismo método que la etapa (19-3) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 310 a 200 °C, ajustando la presión interna de la columna a presión atmosférica (atmósfera de nitrógeno), manteniendo el condensador a 60 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (76-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 1,5 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 45,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 fue 29,9 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el

líquido de reacción era una composición que contenía (4-etilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico, y 4-etil fenol a una proporción estequiométrica de 24,7 veces y di(4-etilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,0011 veces basada en (4-etilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico, y contenía 0,052 veces un compuesto que contiene N basado en el número de (4-etilfenil) ésteres del ácido N-fenil carbámico. Además, el rendimiento de (4-etilfenil) éster del ácido N-fenil carbámico basado en anilina fue aproximadamente 36 %. El líquido de reacción contenía 1010 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-etil fenol, urea y (4-etilfenil) carbamato, el contenido de 4-etil fenol fue 13,8 kg (113 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 161 g (2,68 mol) y el contenido de (4-etilfenil) carbamato fue 2,06 kg (12,5 mol).

El amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 a través de la línea 39 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,155 g (9,14 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,0007 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (76-1) a (76-3), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo 77]

Etapas (77-1): Producción de (4-nonilfenil) Carbamato

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 23.

El mismo método que la etapa (19-1) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar 38,0 kg de 4-nonil fenol en lugar de p-heptil fenol y usando 2,19 kg de urea. Cuando el reactante recuperado en el tanque de almacenamiento 306 se analizó por cromatografía líquida, se descubrió que el reactante era una mezcla que contenía 23,9 % en peso de (4-nonilfenil) carbamato.

Etapas (77-2): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

El mismo método que la etapa (19-2) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de utilizar la mezcla obtenida en la etapa (77-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (19-1), y suministrando 1,83 kg de 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina) en lugar de hexametildiamina a la velocidad de aproximadamente 12 g/min.

Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía 6,0 % en peso de 4,4'-metanodiiil-diciclohexildiurea.

Etapas (77-3): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

El mismo método que la etapa (19-3) del Ejemplo 19 se realizó con la excepción de calentar la columna empaquetada 310 a 250 °C, ajustando la presión interna de la columna a 20 kPa, manteniendo el condensador a 60 °C, y alimentando el líquido de reacción obtenido en la etapa (77-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (19-2) a la velocidad de aproximadamente 1,9 g/min. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 39,2 kg. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 fue 24,5 kg. Cuando el líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 315 se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción era una composición que contenía N,N'-(4,4'-metanodiiil-diciclohexil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y 4-nonil fenol a una proporción estequiométrica de 14,7 veces y di(4-nonilfenil) carbonato a una proporción estequiométrica de 0,008 veces basada en N,N'-(4,4'-metanodiiil-diciclohexil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico), y contenía 0,022 veces un compuesto que contiene N basado en el número de N,N'-(4,4'-metanodiiil-diciclohexil)-di((4-nonilfenil) ésteres del ácido carbámico). Además, el rendimiento de N,N'-(4,4'-metanodiiil-diciclohexil)-di((4-nonilfenil) éster del ácido carbámico) basado en 4,4'-metileno-bis(ciclohexilamina) fue aproximadamente 73 %. El líquido de reacción contenía 290 ppm de amoníaco. Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 313, se descubrió que era una mezcla de 4-nonil fenol, urea y (4-nonilfenil) carbamato, el contenido de 4-nonil fenol fue 9,79 kg (44,4 mol), el contenido de urea fue aproximadamente 101 g (1,68 mol) y el contenido de (4-nonilfenil) carbamato fue 4,58 kg (17,4 mol).

El amoníaco descargado desde el separador de gas-líquido 312 a través de la línea 39 se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,107 g (6,28 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 0,070 mmol.

Cuando se continuaron realizando las etapas (77-1) a (77-3), no se observó obstrucción de la línea de extracción de amoníaco incluso después de que el tiempo de funcionamiento había excedido 380 días.

[Ejemplo Comparativo 1]

5

Etapa (A-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

10 Se mezclaron 1,21 kg de hexametildiamina, 42,9 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y 2,38 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 240 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 40 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a

15 aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 190 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. Cuando habían transcurrido 10 horas después de haber estabilizado las condiciones de funcionamiento, el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104 se muestreó y se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en la muestra, se descubrió que el componente era una mezcla de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 25,5 g (0,42 mol) y el contenido de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenol fue 83,1 g (0,40 mol). Un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una

20 jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,24 g (14,4 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 16,2 mmol. El líquido de reacción obtenido en el tanque de almacenamiento 105 contenía N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil) fenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 90 %. El líquido de reacción contenía 9,1 ppm de amoníaco.

Cuando la reacción se continuó, la línea 5 se obstruyó 34 días después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, y no pudo producirse O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido.

35

[Ejemplo Comparativo 2]

Etapa (B-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

40 La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

Se mezclaron 1,32 kg de hexametildiamina, 42,9 kg de p-heptil fenol y 2,38 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 240 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 20 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo

45 a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 130 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. Cuando habían transcurrido 10 horas después de haber estabilizado las condiciones de funcionamiento, el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104 se muestreó y se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en la muestra, se descubrió que el componente era una mezcla de p-heptil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,71 g (28,5 mol) y el contenido de p-heptil fenol fue 14,2 g (73,8 mol). Un gas que contiene amoníaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoníaco recuperada por 10 minutos fue 0,22 g (12,8 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoníaco fue 14,8 mmol. El líquido de reacción obtenido en el tanque de

50 almacenamiento 105 contenía N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((p-heptilfenil) éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 90 %. El líquido de reacción contenía 8,8 ppm de amoníaco.

Cuando la reacción se continuó, la línea 5 se obstruyó 30 días después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, y no pudo producirse O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido.

65

[Ejemplo Comparativo 3]

Etapa (C-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

5 La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

Se mezclaron 1,32 kg de hexametildiamina, 64,1 kg de p-dodecil fenol y 3,08 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 250 °C y la presión en el interior de la columna se ajustó a 60 kPa. Un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,5 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 50 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. Cuando habían transcurrido 10 horas después de haber estabilizado las condiciones de funcionamiento, el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104 se muestreó y se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en la muestra, se descubrió que el componente era una mezcla de p-dodecil fenol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,84 g (30,6 mol) y el contenido de p-dodecil fenol fue 7,69 g (29,3 mol). Un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,19 g (11,4 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 15,1 mmol.

25 Cuando la reacción se continuó, la línea 5 se obstruyó 21 días después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, y no pudo producirse O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido.

[Ejemplo Comparativo 4]

30 Etapa (D-1): Producción de Compuesto que Tiene Grupos Ureido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 26.

35 Se mezclaron 22,5 kg de 1-octanol y 2,27 kg de urea en el tanque de almacenamiento 601 calentado a 120 °C con la línea 63 cerrada, y el líquido mixto se transfirió al tanque de agitación 603 calentado a 120 °C. Mientras se agitaba el tanque de agitación 603, se suministraron 1,34 kg de amina orgánica en forma de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina desde el tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 a través de la línea 62 a la velocidad de aproximadamente 10 g/min. Después de finalizar el suministro de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, se realizó agitación durante aproximadamente 2 horas, seguido de muestreo del líquido de reacción. Como resultado de analizar el líquido de reacción por cromatografía líquida, se descubrió que el líquido de reacción contenía aproximadamente 7,8 % en peso de 3-(ureidometil)-3,5,5-trimetilciclohexilurea. Además, la concentración de amoniaco en el líquido de reacción fue 6800 ppm. Después, la línea 63 se abrió y la solución se transfirió al tanque de almacenamiento 604 a través de la línea 63.

45 Etapa (D-2): Producción de -O-R² Éster del Ácido Carbámico N-sustituido y Recuperación de Urea

A continuación, se usó el aparato mostrado en la FIG. 26.

50 La columna empaquetada 605, empaquetada con un envoltorio (Helipack N.º 3) se calentó a 190 °C. El líquido de reacción obtenido en la etapa (D-1) se alimentó a la velocidad de aproximadamente 1,1 g/min desde la línea 64 provista en la columna empaquetada 605. Puesto que la reacción está inicialmente en un estado inestable, se descargó la muestra en ese momento. La cantidad de líquido de reacción alimentado después de que la reacción alcanzara un estado estable fue aproximadamente 23,4 kg. El líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 610 a través de la línea 66 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 605. Un componente de fase gaseosa se condensó desde la línea 65 provista en la parte superior de la columna empaquetada 605 con el condensador 606, y el componente de fase líquida resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 609 mediante el separador de gas-líquido 608. Cuando el componente condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 609 se analizó por RMN ¹H, se descubrió que el componente condensado contenía 1-octanol y urea. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 fue 8,80 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía (1-octil) éster del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, y el rendimiento de (1-octil) éster del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilamidometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 90 %. El líquido de reacción contenía 7,1 ppm de amoniaco.

65

Etapa (D-3): Producción de Isocianato mediante Descomposición Térmica de -O-R² Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

Se usó el aparato mostrado en la FIG. 28.

El aparato de destilación de película fina 802 que tiene un área superficial conductora del calor de 0,2 m² se calentó a 250 °C y la presión dentro del aparato de destilación de película fina se ajustó a aproximadamente 0,8 kPa. El líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 610 en la etapa (D-2) se puso en el tanque de almacenamiento 801 y se suministró al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 890 g/h mediante la línea 80. Un componente líquido se extrajo de la línea 82 provista en la parte inferior del aparato de destilación de película fina 802 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 803. El componente líquido recuperado en el tanque de almacenamiento 803 se suministró de nuevo al aparato de destilación de película fina 802 a través de la línea 83. Un componente gaseoso que contenía diisocianato de isofozona y 1-octanol se extrajo de la línea 81 provista en la porción superior del aparato de destilación de película fina 802. El componente gaseoso se introdujo en la columna de destilación 604, y los componentes de bajo punto de ebullición se separaron por destilación. A componente de fase líquida se suministró a la columna de destilación 809 desde la línea 88 provista en la columna de destilación 804 en una porción superior a la línea de alimentación, y se sometió adicionalmente a separación destilativa. El componente de fase gaseosa se condensó en el condensador 810 a través de la línea 89 y se recuperó en el tanque de almacenamiento 812 a través del separador de gas-líquido 811.

Cuando el condensado se analizó por RMN ¹H y cromatografía de gases, se descubrió que contenía aproximadamente 93 % en peso de diisocianato de isofozona y aproximadamente 4 % en peso de (1-octil) éster del ácido 3-((1-octiloxi)carbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico. El rendimiento basado en 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina fue aproximadamente 53 %.

[Ejemplo Comparativo 5]

Etapa (E-1): Producción de -O-Ar Éster del Ácido Carbámico N-sustituido

La producción de uretano se realizó en un reactor como se muestra en la FIG. 21.

Se mezclaron 1,20 kg de hexametildiamina, 29,8 kg de 1-nonanol y 2,36 kg de urea para preparar una solución de material de partida. La columna empaquetada 102 se calentó a 220 °C, la presión en el interior de la columna se ajustó a 50 kPa, un líquido mixto que tiene la misma composición que la solución de material de partida se introdujo a través de la línea 1 provista en la porción superior de la columna empaquetada 102, y después de haberse estabilizado las condiciones de funcionamiento, la solución de material de partida se introdujo a aproximadamente 1,8 g/min, y el líquido de reacción se recuperó en el tanque de almacenamiento 105 mediante la línea 4 provista en la parte inferior de la columna empaquetada 102. Un componente de fase gaseosa se recuperó desde la línea 2 provista en la parte superior de la columna empaquetada 102, condensado en el condensador 103 mantenido a aproximadamente 85 °C, y el componente resultante se recuperó en el tanque de almacenamiento 104. La cantidad de líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 fue 28,2 kg. Cuando el líquido de reacción se analizó por cromatografía líquida y RMN ¹H, se descubrió que el líquido de reacción contenía N,N'-hexanodil-di(nonilfenil éster del ácido carbámico), y el rendimiento de N,N'-hexanodil-di(nonilfenil éster del ácido carbámico) basado en hexametildiamina fue aproximadamente 91 %. El líquido de reacción contenía 6,9 ppm de amoniaco.

Por otro lado, cuando se realizaron mediciones de RMN ¹H y RMN ¹³C en el componente recuperado en el tanque de almacenamiento 104, se descubrió que era una mezcla de 1-nonanol y urea, el contenido de urea fue aproximadamente 1,33 kg (22,1 mol) y el contenido de 1-nonanol fue 3,72 kg (25,8 mol). Además, un gas que contiene amoniaco se descargó de la línea 5 provista en la porción superior del tanque de almacenamiento 104. El gas se recuperó en una bolsa Tedlar y se inyectó en un cromatógrafo de gases con una jeringa hermética al gas para analizar los componentes del gas. Como resultado, la cantidad de amoniaco recuperada por 10 minutos fue 0,40 g (23,6 mmol). Además, cuando el gas se analizó por CG-EM, la cantidad de grupos carbonilo contenidos en los compuestos que tienen grupos carbonilo contenidos en el amoniaco fue 0,039 mmol.

Etapa (E-2): Producción de Isocianato

Se realizó el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de calentar el aparato de destilación de película fina 702 a 220 °C, ajustando la presión dentro del aparato de destilación de película fina a aproximadamente 1,3 kPa, y suministrando la solución obtenida en la etapa (E-1) en lugar del líquido de reacción recuperado en el tanque de almacenamiento 105 en el Ejemplo 1 al aparato de destilación de película fina a la velocidad de aproximadamente 1790 g/h. Se obtuvo un condensado en el tanque de almacenamiento 707 a la velocidad de aproximadamente 61 g/h. El condensado era diisocianato de hexametileno. El rendimiento de diisocianato de hexametileno basado en hexametildiamina fue aproximadamente 54 %.

[Ejemplo 78]

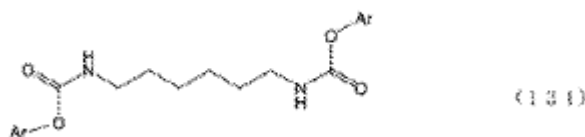
Una composición que contenía 21,5 % en peso de un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma de dicarbamato de bis(4-(2,4,4-trimetilpentan-2-il)fenil)hexan-1,6-diilo, 78 % en peso de una composición de hidroxí aromático en forma de 4-(2,4,4-trimetilpentan-2-il) fenol y 12 ppm de amoniaco se puso en un recipiente de almacenamiento SUS de 100 l a aproximadamente 1/2 del volumen del mismo, seguido de reemplazo del interior del recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y almacenando durante 1095 días en un entorno de almacenamiento localizado en el distrito de Kojima de la ciudad Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el periodo de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40 °C (controlada a aproximadamente de 30 a 50 °C). Durante el periodo de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0 °C o aumentó a aproximadamente 50 °C debido a los efectos de las interrupciones de agua, apagones y mantenimiento de los servicios de la fábrica. Además, una vez la temperatura se elevó a aproximadamente 80 °C debido a un mal funcionamiento. Cuando la composición se almacenó después del almacenamiento, el dicarbamato de bis(4-(2,4,4-trimetilpentan-2-il)fenil)hexan-1,6-diilo estaba contenido al 99 %mol en comparación con antes del almacenamiento. Después del periodo de almacenamiento, la composición se calentó a 180 °C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230 °C) a un destilador de película fina usando una bomba de líquidos. Una reacción de descomposición térmica se realizó mientras se confirmaban las condiciones de funcionamiento que contiene una temperatura del destilador de película fina de 230 °C, tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos, y presión dentro de un intervalo de 0,3 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las proximidades de la mitad de una columna de destilación con bandeja tamizadora que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgada y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se realizó mientras se reducía la presión desde presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de fase líquida en la porción inferior de la columna de destilación de 150 a 300 °C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue aproximadamente 0,3 KPa). El isocianato obtenido a partir del dicarbamato de bis(4-(2,4,4-trimetilpentan-2-il)fenil)hexan-1,6-diil en forma de hexano 1,6-diisocianato se obtuvo desde la porción superior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio a la finalización del funcionamiento debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel más alto de rendimiento durante el periodo de funcionamiento, el rendimiento del 1,6-diisocianato de hexano basado en dicarbamato de bis(4-(2,4,4-trimetilpentan-2-il)fenil)hexan-1,6-diilo fue 92,9 %mol. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y transporte, y no se observó la formación de sólido dentro de la columna de destilación.

[Ejemplos 79 a 122 y Ejemplos Comparativos 6 y 7]

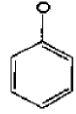
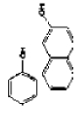
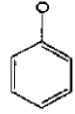
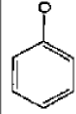
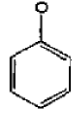
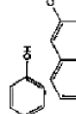
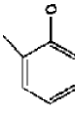
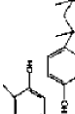
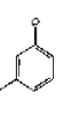
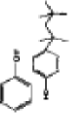
Se realizaron almacenamiento y descomposición térmica en composiciones de la misma manera que el Ejemplo 78 con la excepción de las proporciones de composición del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, composición de hidroxí aromático, amoniaco y derivado de ácido carbónico y similares, y los resultados de la destilación de muestran en las Tablas 2 a 8. Cuando se usa un compuesto hidroxí aromático que tiene un punto de ebullición convencional inferior al punto de ebullición convencional de 1,6-diisocianato de hexano, una columna de destilación empaquetada que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 20 placas teóricas (envoltorio: Metal Gauze CY Packing fabricado por Sulzer Chemtech Ltd.) se instaló junto con la columna de destilación descrita previamente, y una fase gaseosa extraída desde la porción superior de la columna de destilación de placa tamizadora se introdujo en las proximidades de la mitad de la columna de destilación empaquetada para separar el 1,6-diisocianato de hexano y el compuesto hidroxí aromático (el rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano se muestra como el valor obtenido analizando la fase gaseosa en la porción superior de la columna de destilación de placa tamizadora; la columna de destilación empaquetada se instaló para el propósito de purificación industrial).


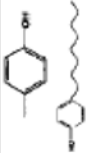
En las tablas, un grupo Ar-O- representa un grupo Ar-O- que compone un grupo -O-Ar de ácido carbámico en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido (en concreto, el grupo Ar-O en la siguiente fórmula (131)), y ArOH representa un compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático. El contenido de cada componente en la composición se representa como un porcentaje en peso (% en peso) obtenido redondeando los contenidos de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, composición de hidroxí aromático y agua al número de dígitos significativos de los aparatos de análisis o menos, el amoniaco y componentes metálicos se expresan en ppm, mientras que otros componentes (tales como derivado del ácido carbónico) se indican como la proporción del número de moléculas con respecto a grupos -O-Ar de ácido carbámico del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido.

Los espectros de RMN ¹H de las composiciones de los Ejemplos 84, 104 y 120 se muestran en las FIGS. 32, 33 y 35, respectivamente. (A menos que se indique lo contrario, no sucedieron fenómenos, tales como obstrucción o formación de sólido durante el almacenamiento o transferencia),

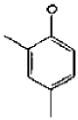
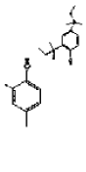
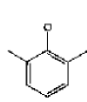
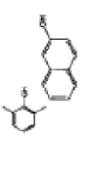
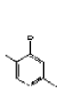
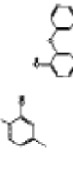
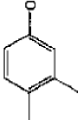
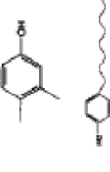
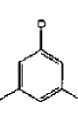
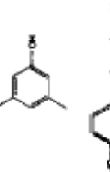
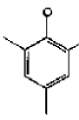
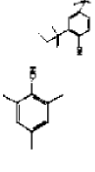



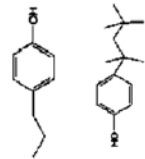
[Tabla 2]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6-disocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 79		27,2		42,5 30	5	ion de Fe: 20 ppm; ion de Ni: 15 ppm	98,5	93,7
Ejemplo comparativo 6		99			5		12,6	(Sólido formado, obstrucción de bomba)
Ejemplo comparativo 7		25,5			5	Metanol: 72,5 % en peso, Dilaurato de dibutil estaño: 2010 ppm	12,4	(Sólido formado, obstrucción de bomba)
Ejemplo 80		1,5		86 10	100	ion de Fe: 20 ppm; ion de Ni: 15 ppm; Dilaurato de dibutil estaño: 2010 ppm	19,3	2,0
Ejemplo 81		25,5		37 36	80	Dilaurato de dibutil estaño: 10 ppm, Éster de ácido carbónico total: 0,001	85,5	81,4
Ejemplo 82		46		40 13,8	295	Agua: 90 ppm	70,6	66,9

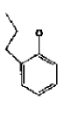
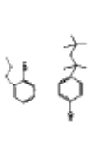
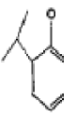
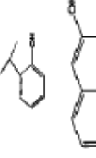
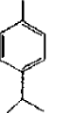
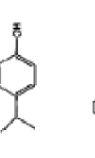
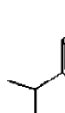
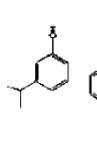
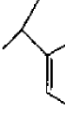
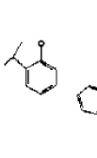
	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 83		26,2		43 30	350	ion de Fe: 20 ppm; ion de Ni: 30 ppm; Dilaurato de dibutil estaño: 300 ppm	73,7	65,8


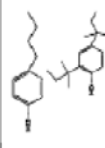
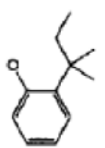
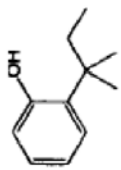
[Tabla 3]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxí aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (%mol) frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 84		24,8		48 24,8	15	Compuestos totales que tienen grupos biurete: 0,005, ion de Al: 40 ppm	76,2	71,2
Ejemplo 85		25,2		23 50	11	Urea: 0,001, ion de Al: 40 ppm	94,4	89,7
Ejemplo 86		24,2		33 41,3	950	Urea: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 590 ppm	76,4	60,5
Ejemplo 87		2,5		31 65	900	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 290 ppm	88,4	22,5
Ejemplo 88		5,5		31 62	1050	Compuestos totales que contienen grupo biurete terminal: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 60 ppm	89,7	45,2
Ejemplo 89		24		23 50	80	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 30 ppm, agua: 0,5 % en peso	94,7	82,3

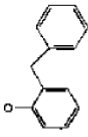
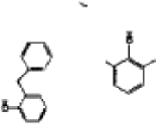
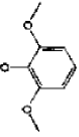
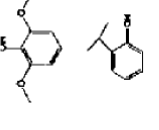
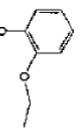
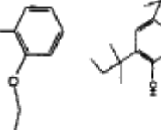

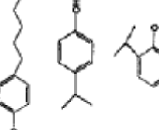
	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxí aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%.mol)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 90		24,3		37 35,6	800	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 60 ppm, agua: 0,5 % en peso	73,3	65,4




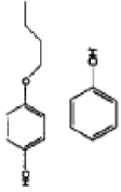


[Tabla 4]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxí aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N- sustituido después de almacenamiento frente al ácido almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6- diisocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 91		24		14 60	20	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005	96,0	93,0
Ejemplo 92		40		17 40	10	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005	80,5	78,4
Ejemplo 93		24,3		23 50	5	Urea: 0,005, dilaurato de dibutilaño: 40 ppm, agua: 0,5 % en peso	90,5	85,9
Ejemplo 94		24		20 53	15	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	90,6	88,7
Ejemplo 95		22		15 60	5	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	98,5	97,0

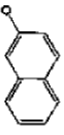
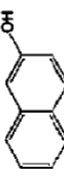
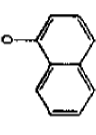
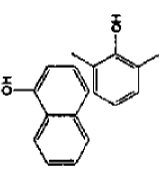
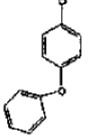
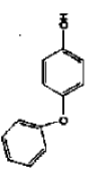
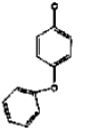
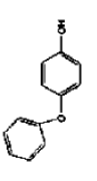
	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N- sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6- diisocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 96		20		26 52	10	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, dlaurato de dibutilestaño: 60 ppm	75,0	71,3
Ejemplo 97		23,2		75,5		Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	96,1	92,9

[Tabla 5]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6-disocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 98		22		68 8	18	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	95,8	93,2
Ejemplo 99		6		22 71	480	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,015	88,5	32,0
Ejemplo 100		20,5		38,2 40	290	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,020, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,015	91,2	87,5
Ejemplo 101		22,3		64,3 6 6	11	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, urea: 1	88,0	86,0

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 102		22		55	11	Naftaleno: 20 % en peso, compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	94,9	88,6
Ejemplo 103		23		65 10	250	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	97,4	92,6
Ejemplo 104		21		71,5	11	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, urea: 1	99,5	94,8

[Tabla 6]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente a O-Ar éster almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6-disocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 105		23		75	12	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, contienen grupo biurete terminal: 0,005	99,2	97,2
Ejemplo 106		23		56 18,7	13	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, contienen grupo biurete terminal: 0,005	98,8	97,5
Ejemplo 107		1,5		97	25	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, contienen grupo biurete terminal: 0,005	75,0	15,0
Ejemplo 108		2,5		95	25	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, contienen grupo biurete terminal: 0,005	94,6	16,0

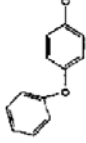
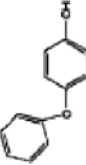

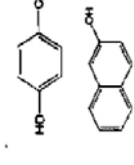
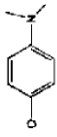
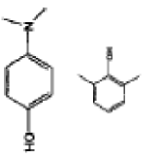
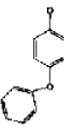
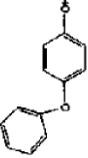
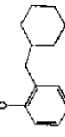
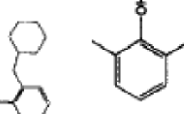

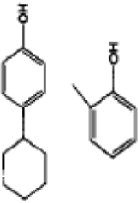

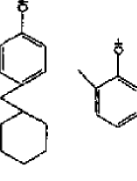
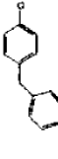
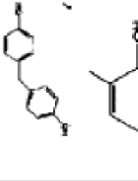
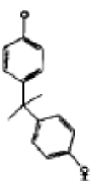
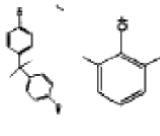
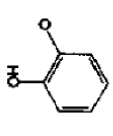
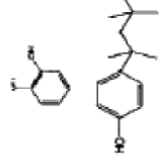
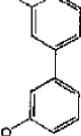
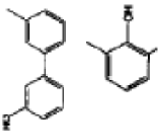
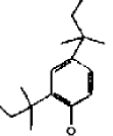
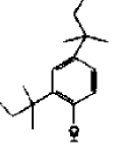
	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente a O-Ar éster almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,β-diisocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 109		11,2		87	14	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	96,4	90,0
Ejemplo 110		24,8		20 53	350	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,022, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,015	78,0	45,5

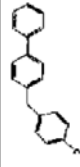
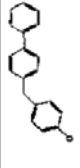

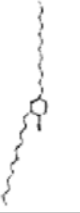
Tabla 7]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxí aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,β-diisocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 111		24,4		20 54,5	310	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,022, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,015	76,0	47,3
Ejemplo 112 (compuesto hidroxí aromático retirado parcialmente de la composición almacenada del Ejemplo 108)		11,2		87	1	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	94,5	87,0
Ejemplo 113		22		60 16	13	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	99,6	92,6

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxí aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6-disocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 114		22,8		65 10	14	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, carbonato de ditolilo: 0,01	98,7	92,5
Ejemplo 115		22		65 9,8	75	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, carbonato de ditolilo: 0,01	96,7	92,8
Ejemplo 116		10		73 14	500	Urea: 0,05, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,05, carbonato de ditolilo: 0,06, dilaurato de dibutilestaño: 650 ppm	27,0	17,8

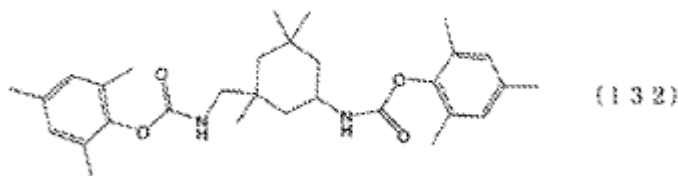
[Tabla 8]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6-diosocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 117		10		15 72	200	Urea: 0,05, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,05, carbonato de dioxililo: 0,06	79,0	17,5
Ejemplo 118		24		33 40	600	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	94,1	16,5
Ejemplo 119		13		60 24	12	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	99,3	94,5
Ejemplo 120		6,5		92	310	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, urea: 0,001	90,2	72,5

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de 1,6-diisocianato de hexano (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 121		4		95	250	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,002, contienen grupo biurete terminal: 0,005, urea: 0,001	93,0	28,7
Ejemplo 122		2,5		94	1050	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,02, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,05, urea: 0,01	92,7	35,6

[Ejemplo 123]

Una composición que contiene un 26 % en peso de un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (132), un 72 % en peso de una composición de hidroxí aromático en forma de 2,4,6-trimetil fenol, 80 ppm de amoníaco, 0,1 de urea (proporción del número de moléculas de urea con respecto al número de grupos de -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de mesitilo (proporción del número de las proximidades de la mitad de carbamato de mesitilo con respecto al número de grupos -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) se puso en un recipiente de almacenamiento SUS de 100 l a aproximadamente 1/2 del volumen del mismo, seguido de reemplazo del interior del recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y almacenando durante 1095 días en un entorno de almacenamiento localizado en el distrito de Kojima de la ciudad Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el periodo de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40 °C (controlada a aproximadamente de 30 a 50 °C). Durante el periodo de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0 °C o aumentó a aproximadamente 50 °C debido a los efectos de las interrupciones de agua, apagones y mantenimiento de los servicios de la fábrica. Además, una vez la temperatura se elevó a aproximadamente 80 °C debido a un mal funcionamiento. Cuando la composición se almacenó después del almacenamiento, el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido a un 97 %mol en comparación con antes del almacenamiento. Después del periodo de almacenamiento, la composición se calentó a 180 °C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230 °C) a un destilador de película fina usando una bomba de líquidos. Una reacción de descomposición térmica se realizó mientras se confirmaban las condiciones de funcionamiento que contiene una temperatura del destilador de película fina de 230 °C, tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos, y presión dentro de un intervalo de 0,1 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las proximidades de la mitad de una columna de destilación con bandeja tamizadora que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se realizó mientras se reducía la presión desde presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de fase líquida en la porción inferior de la columna de destilación de 150 a 300 °C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue aproximadamente 0,5 KPa). El isocianato obtenido a partir del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma de 5-isocianato-1-(isocianato-metil)-1,3,3-trimetilciclohexano (diisocianato de isoforona) se obtuvo desde la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio a la finalización del funcionamiento debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel más alto de rendimiento durante el periodo de funcionamiento, el rendimiento del diisocianato de isoforona basado en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido al inicio del almacenamiento fue 90 %mol. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y transporte, y no se observó la formación de sólido dentro de la columna de destilación.

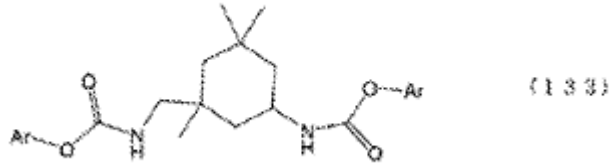


[Ejemplos 124 a 145 y Ejemplo Comparativo 8]

Se realizaron almacenamiento y descomposición térmica en composiciones en las mismas condiciones que el Ejemplo 123 con la excepción de las proporciones de materiales compuestos del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, composición de hidroxí aromático, amoníaco y derivado de ácido carbónico y similares, y los resultados de la destilación de muestran en las Tablas 9 a 12. Cuando se usa un compuesto hidroxí aromático que tiene un punto de ebullición convencional inferior al punto de ebullición convencional de diisocianato de isoforona, una columna de destilación empaquetada que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 20 placas teóricas (envoltorio: Metal Gauze CY Packing fabricado por Sulzer Chemtech Ltd.) se instaló junto con la columna de destilación descrita previamente, y una fase líquida extraída de la parte inferior de la columna de destilación de placa tamizadora se introdujo en las proximidades de la mitad de la columna de destilación empaquetada para separar el diisocianato de isoforona y el compuesto hidroxí aromático (el rendimiento de diisocianato de isoforona se muestra como el valor obtenido analizando la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de placa tamizadora; la columna de destilación empaquetada se instaló para el propósito de purificación industrial).

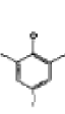
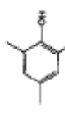
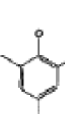
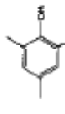
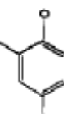
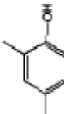
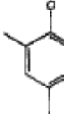
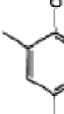
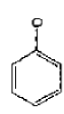
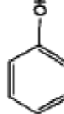
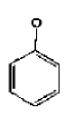
En las tablas, un grupo Ar-O- representa un grupo Ar-O- que compone un grupo -O-Ar de ácido carbámico en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido (en concreto, el grupo Ar-O en la siguiente fórmula (133)), y ArOH representa un compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático. El contenido de cada componente en la composición se representa como un porcentaje en peso (% en peso) obtenido redondeando los contenidos de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, composición de hidroxí aromático y agua al número de dígitos significativos de los aparatos de análisis o menos, el amoníaco y componentes metálicos se expresan en ppm, mientras que otros componentes (tales como derivado del ácido carbónico) se indican como la proporción del número de

moléculas con respecto a grupos -O-Ar de ácido carbámico del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. (A menos que se indique lo contrario, no sucedieron fenómenos, tales como obstrucción o formación de sólido durante el almacenamiento o transferencia),

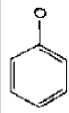
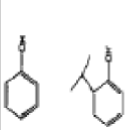
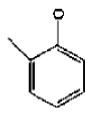
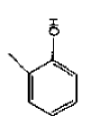

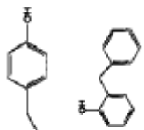
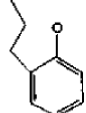
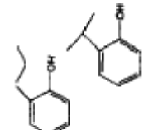
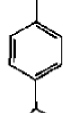
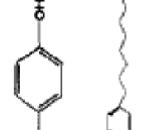





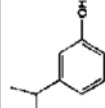
5

[Tabla 9]

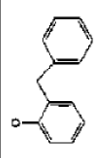
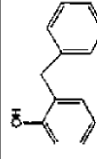
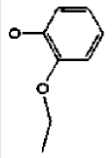
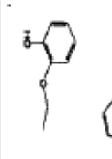
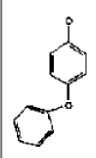
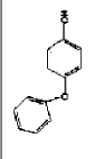
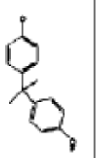
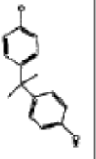
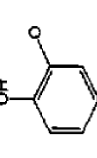
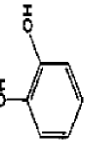
	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 124		26,6		68,0	10	Urea: 0,001, carbamato de mesitilo: 0,001	98,0	94,2
Ejemplo 125		42,1		55,0	50	Urea: 0,001, carbamato de mesitilo: 0,001	98,0	94,8
Ejemplo 126		67,0		32,0	60	Urea: 0,001, carbamato de mesitilo: 0,001, agua: 100 ppm	80,5	85,7
Ejemplo 127		7,0		92,0	80	Urea: 0,005, carbamato de mesitilo: 0,001, ion de Fe: 50 ppm, ion de Ni: 60 ppm	54,5	32,0
Ejemplo 128		60,0		35,0	10	Urea: 0,001, carbamato de fenilo N-sustituido: 0,001	92,2	87,5
Ejemplo comparativo 8		97,3			5	Dilaurato de dibutil estaño: 2010 ppm	12,4	(formación de sólido, obstrucción de bomba)

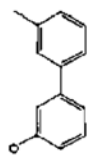
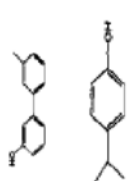
[Tabla 10]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente a O-Ar éster de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 129		30,0		38,0 30,0	50	ion de Fe: 20 ppm; ion de Ni: 15 ppm	93,5	88,7
Ejemplo 130		28,9		68,0	80	Dilaurato de dibutil estaño: 10 ppm, éster de ácido carbónico total: 0,001	96,0	91,1
Ejemplo 131		26,2		40,0 31,0	50	Carbamato de butilfenilo N-sustituido: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 20 ppm, agua: 0,5 % en peso	96,8	92,2
Ejemplo 132		35,0		50,0 10,0	20	Carbamato de butilfenilo N-sustituido: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,004, oxígeno: 5 ppm	92,0	88,5
Ejemplo 133		1,3		30,0 68,0	500	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,01, dilaurato de dibutilestaño: 600 ppm, agua: 0,5 % en peso	60,2	5,6

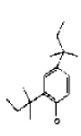
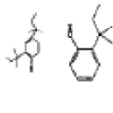
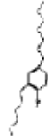
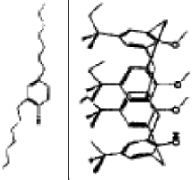
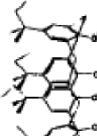
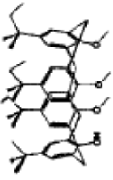
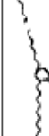
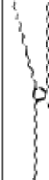
	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoníaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 134		8,8		91,0	11	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005	96,0	93,0
Ejemplo 135		2,0		97,0	100	ion de Fe: 5 ppm, ion de Ni: 15 ppm, oxígeno: 50 ppm	70,9	16,5

[Tabla 11]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 136		35,0		65,0	5		99,7	97,0
Ejemplo 137		24,0		53,1 20,0	310	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 60 ppm	95,8	88,2
Ejemplo 138		24,2		75,6	10		99,6	94,5
Ejemplo 139		5,0		94,0	10	ion de Fe: 5 ppm, ion de Ni: 5 ppm, oxígeno: 50 ppm	97,3	31,2
Ejemplo 140		6,5		92,0	1050	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 60 ppm	81,1	36,4

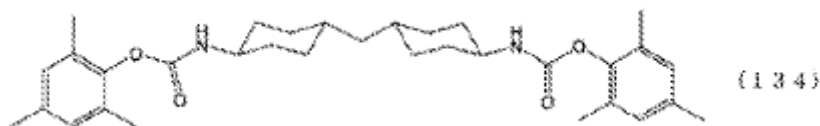
	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 141		4.0		46.0 50.0	20		89.0	32.0

[Tabla 12]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 142		7,0		63,0 30,0	20		89,0	40,5
Ejemplo 143		21,7		76,0	2100		91,4	64,3
Ejemplo 144		2,3		96,0	2900	Urea: 0,06, compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,01	88,1	29,0
Ejemplo 145		2,2		96,0	3100	Urea: 0,06, compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,01	83,2	12,5

[Ejemplo 146]

Una composición que contiene un 28 % en peso de un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (134), un 70 % en peso de una composición de hidroxí aromático en forma de 2,4,6-trimetil fenol, 12 ppm de amoniaco, 0,1 de urea (proporción del número de moléculas de urea con respecto al número de grupos de -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de mesitilo (proporción del número de moles de carbamato de mesitilo con respecto al número de grupos -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) se puso en un recipiente de almacenamiento SUS de 100 l, seguido de reemplazo del interior del recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y almacenando durante 1095 días en un entorno de almacenamiento localizado en el distrito de Kojima de la ciudad Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el periodo de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40 °C (controlada a aproximadamente de 30 a 50 °C). Durante el periodo de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0 °C o aumentó a aproximadamente 50 °C debido a los efectos de las interrupciones de agua, apagones y mantenimiento de los servicios de la fábrica. Además, una vez la temperatura se elevó a aproximadamente 80 °C debido a un mal funcionamiento. Cuando la composición se almacenó después del almacenamiento, el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido a un 96 %mol en comparación con antes del almacenamiento. Después del periodo de almacenamiento, la composición se calentó a 180 °C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230 °C) a un destilador de película fina usando una bomba de líquidos. Una reacción de descomposición térmica se realizó mientras se confirmaban las condiciones de funcionamiento que contiene una temperatura del destilador de película fina de 230 °C, tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos, y presión dentro de un intervalo de 0,1 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las proximidades de la mitad de una columna de destilación con bandeja tamizadora que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se realizó mientras se reducía la presión desde presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de fase líquida en la porción inferior de la columna de destilación de 150 a 300 °C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue aproximadamente 0,5 KPa). El isocianato obtenido a partir del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma de 4,4'-metilenobis(ciclohexilisocianato) se obtuvo desde la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio a la finalización del funcionamiento debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel más alto de rendimiento durante el periodo de funcionamiento, el rendimiento del 4,4'-metilenobis(ciclohexilisocianato) basado en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido al inicio del almacenamiento fue 92 %mol. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y transporte, y no se observó la formación de sólido dentro de la columna de destilación.



[Ejemplos 147 a 164 y Ejemplo Comparativo 9]

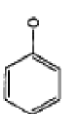
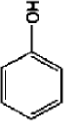
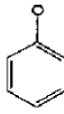
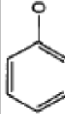
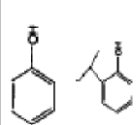
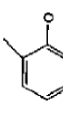
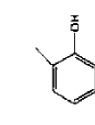

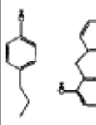
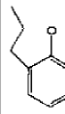
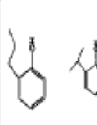
Se realizaron almacenamiento y descomposición térmica en composiciones en las mismas condiciones que el Ejemplo 146 con la excepción de las proporciones de materiales compuestos del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, composición de hidroxí aromático, amoniaco y derivado de ácido carbónico y similares, y los resultados de la destilación de muestra en las Tablas 13 a 15. Cuando se usa un compuesto hidroxí aromático que tiene a punto de ebullición convencional superior al punto de ebullición convencional de 4,4'-metilenobis (ciclohexilisocianato), una columna de destilación empaquetada que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 20 placas teóricas (envoltorio: Metal Gauze CY Packing fabricado por Sulzer Chemtech Ltd.) se instaló junto con la columna de destilación descrita previamente, y una fase líquida extraída desde la parte inferior de la columna de destilación de placa tamizadora se introdujo en las proximidades de la mitad de la columna de destilación empaquetada para separar el 4,4'-metilenobis(ciclohexilisocianato) y el compuesto hidroxí aromático (el rendimiento de 4,4'-metilenobis(ciclohexilisocianato) se muestra como el valor obtenido analizando la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de placa tamizadora; la columna de destilación empaquetada se instaló para el propósito de purificación industrial).

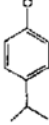
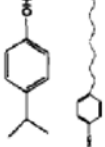
En las tablas, un grupo Ar-O- representa un grupo Ar-O- que compone un grupo -O-Ar de ácido carbámico en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido (en concreto, el grupo Ar-O en la siguiente fórmula (135)), y ArOH representa un compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático. El contenido de cada componente en la composición se representa como un porcentaje en peso (%) obtenido redondeando los contenidos de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, composición de hidroxí aromático y agua al número de dígitos significativos de los aparatos de análisis o menos, el amoniaco y componentes metálicos se expresan en ppm, mientras que otros componentes (tales como derivado del ácido carbónico) se indican como la proporción del número de moléculas con respecto a grupos -O-Ar de ácido carbámico del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. (A menos

que se indique lo contrario, no sucedieron fenómenos, tales como obstrucción o formación de sólido durante el almacenamiento o transferencia),





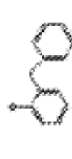


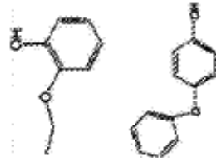






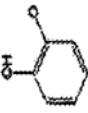
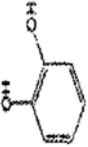
[Tabla 13]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente a O-Ar éster N-sustituido antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 147		32,4		65	8	Urea: 0,001, carbamato de fenilo no N-sustituido: 0,001	97,0	92,0
Ejemplo comparativo 9		31,2			5	Metanol: 65 % en peso, Dilaurato de dibutil estaño: 2010 ppm	12,5	(Formación de sólido, obstrucción de bomba)
Ejemplo 148		52,0		27 20	48	ion de Fe: 20 ppm; ion de Ni: 15 ppm	88,0	85,0
Ejemplo 149		25,0		65	73	Dilaurato de dibutil estaño: 10 ppm, Éster de ácido carbónico total: 0,001	96,0	91,0
Ejemplo 150		27,0		50 15	35	Carbamato de butilfenilo no N-sustituido: 0,005	94,0	90,0
Ejemplo 151		35,0		50 10	18	Carbamato de butilfenilo no N-sustituido: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,04, oxígeno: 5 ppm	92,0	88,0

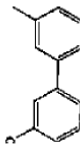
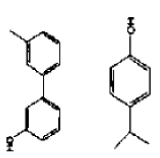
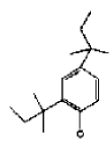
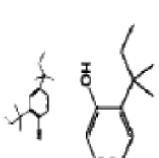
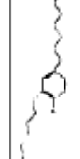
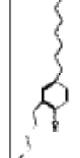
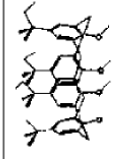
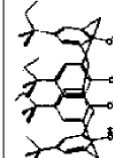
	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxí aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar carbámico N-sustituido después de almacenamiento del ácido carbámico frente a O-Ar éster de almacenamiento antes de almacenamiento (% mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster de almacenamiento del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 152		1,4		30 68	480	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,01, dilaurato de dibutilestaño: 600 ppm, agua: 0,5 % en peso	60,0	5,6

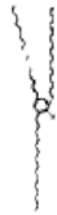

[Tabla 14]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 153		40,0		60	16		91,0	87,0
Ejemplo 154		2,0		97	90	ion de Fe: 5 ppm, ion de Ni: 15 ppm, oxígeno: 50 ppm	70,0	16,5
Ejemplo 155		35,0		65	5		99,8	97,0
Ejemplo 156		25,0		30 40	305	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, dilaurato de dibutilestano: 60 ppm	95,5	90,8
Ejemplo 157		8,0		91,5	12	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	99,5	94,4
Ejemplo 158		5,0		94	11	ion de Fe: 5 ppm, ion de Ni: 5 ppm, oxígeno: 50 ppm	97,3	29,2

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente a O-Ar éster de almacenamiento antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 159		6.5		92	1030	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, dilaurato de dibutilestano: 60 ppm	81,0	36,0

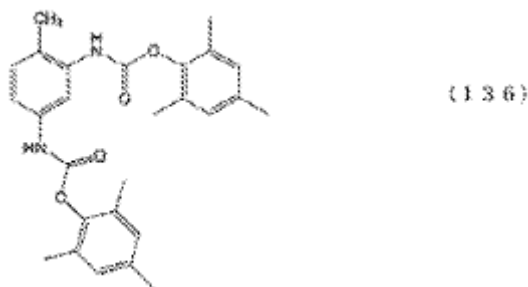
[Tabla 15]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidrox aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 160		4,9		45 50	18	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, contienen grupo biurete terminal: 0,015	89,0	32,0
Ejemplo 161		7,0		63 30	18		89,0	40,0
Ejemplo 162		20,0		65	2050	Urea: 0,05, compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,01	91,0	64,3
Ejemplo 163		2,3		96	2800	Urea: 0,06, compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,01	88,0	29,0

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxí aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mo)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 164		2.2		96	3050	Urea: 0,06, compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,01	83,0	12,5

[Ejemplo 165]

Una composición que contiene un 24 % en peso de un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (136), un 74 % en peso de una composición de hidroxí aromático en forma de 2,4,6-trimetil fenol, 10 ppm de amoniaco, 0,01 de urea (proporción del número de moléculas de urea con respecto al número de grupos de -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de mesitilo (proporción del número de moles de carbamato de mesitilo con respecto al número de grupos -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) se puso en un recipiente de almacenamiento SUS de 100 l, seguido de reemplazo del interior del recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y almacenando durante 1095 días en un entorno de almacenamiento localizado en el distrito de Kojima de la ciudad Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el periodo de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40 °C (controlada a aproximadamente de 30 a 50 °C). Durante el periodo de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0 °C o aumentó a aproximadamente 50 °C debido a los efectos de las interrupciones de agua, apagones y mantenimiento de los servicios de la fábrica. Además, una vez la temperatura se elevó a aproximadamente 80 °C debido a un mal funcionamiento. Cuando la composición se almacenó después del almacenamiento, el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido a un 96 %mol en comparación con antes del almacenamiento. Después del periodo de almacenamiento, la composición se calentó a 180 °C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230 °C) a un destilador de película fina usando una bomba de líquidos. Una reacción de descomposición térmica se realizó mientras se confirmaban las condiciones de funcionamiento que contiene una temperatura del destilador de película fina de 230 °C, tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos, y presión dentro de un intervalo de 0,3 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las proximidades de la mitad de una columna de destilación con bandeja tamizadora que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se realizó mientras se reducía la presión desde presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de fase líquida en la porción inferior de la columna de destilación de 150 a 300 °C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue aproximadamente 0,3 KPa). El isocianato obtenido a partir del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma de 2,4-diisocianato-1-metilbenceno (2,4-TDI) se obtuvo desde la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio a la finalización del funcionamiento debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel más alto de rendimiento durante el periodo de funcionamiento, el rendimiento del 2,4-TDI basado en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido al inicio del almacenamiento fue 93 %mol. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y transporte, y no se observó la formación de sólido dentro de la columna de destilación.



35

[Ejemplos 166 a 183 y Ejemplo Comparativo 10]

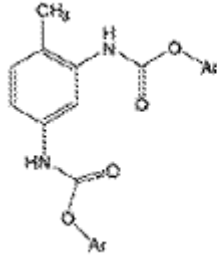
Se realizaron almacenamiento y descomposición térmica en composiciones en las mismas condiciones que el Ejemplo 165 con la excepción de las proporciones de materiales compuestos del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, composición de hidroxí aromático, amoniaco y derivado de ácido carbónico y similares, y los resultados de la destilación de muestran en las Tablas 16 a 18. Cuando se usa un compuesto hidroxí aromático que tiene un punto de ebullición convencional superior al punto de ebullición convencional de 2,4-TDI, una columna de destilación empaquetada que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 20 placas teóricas (envoltorio: Metal Gauze CY Packing fabricado por Sulzer Chemtech Ltd.) se instaló junto con la columna de destilación descrita previamente, y una fase líquida extraída de la porción superior de la columna de destilación de placa tamizadora se introdujo en las proximidades de la mitad de la columna de destilación empaquetada para separar el 2,4-TDI y el compuesto hidroxí aromático (el rendimiento de 2,4-TDI se muestra como el valor obtenido analizando la fase líquida en la porción superior de la columna de destilación de placa tamizadora; la columna de destilación empaquetada se instaló para el propósito de purificación industrial).

50

En las tablas, un grupo Ar-O- representa un grupo Ar-O- que compone un grupo -O-Ar de ácido carbámico en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido (en concreto, el grupo Ar-O en la siguiente fórmula (137)), y ArOH representa un compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático. El contenido de cada componente en la composición se representa como un porcentaje en peso (% en peso) obtenido redondeando los contenidos de -

55

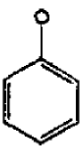

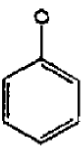
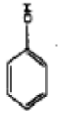
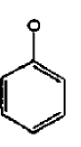
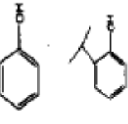
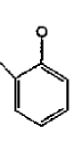
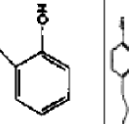
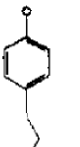
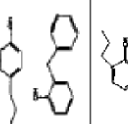
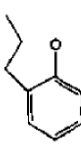
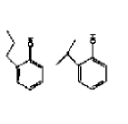
- 5 O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, composición de hidroxí aromático y agua al número de dígitos significativos de los aparatos de análisis o menos, el amoniaco y componentes metálicos se expresan en ppm, mientras que otros componentes (tales como derivado del ácido carbónico) se indican como la proporción del número de moléculas con respecto a grupos -O-Ar de ácido carbámico del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. (A menos que se indique lo contrario, no sucedieron fenómenos, tales como obstrucción o formación de sólido durante el almacenamiento o transferencia),

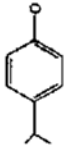
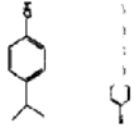


(1 3 7)



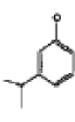
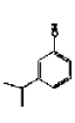
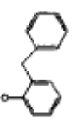
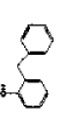
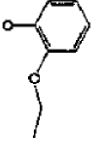
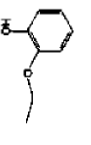
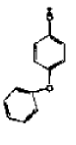
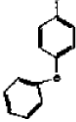
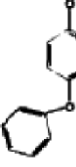
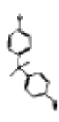
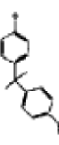
10

[Tabla 16]

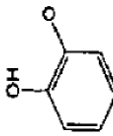
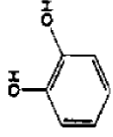
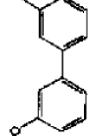
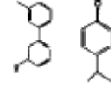
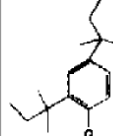
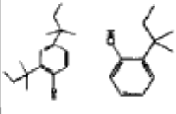
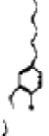
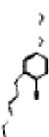
	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxí aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 166		27,8		71,0	8	Urea: 0,001, carbamato de fenilo no N-sustituido: 0,001	92	88
Ejemplo comparativo 10		27,8				Butanol: 69,5 % en peso, dilaurato de dibutilaño: 2010 ppm	12	(Formación de sólido, obstrucción de bomba)
Ejemplo 167		62,0		10,0 28,0	43	ion de Fe: 20 ppm; ion de Ni: 15 ppm	75	70
Ejemplo 168		26,0		71,0	73	Dilaurato de dibutilaño: 10 ppm, Ester de ácido carbónico total: 0,001	86	91
Ejemplo 169		50,0		10,0 40,0	35		90	85
Ejemplo 170		24,0		49,0 22,0	18	Carbamato de butilfenilo no N-sustituido: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,04, oxígeno: 5 ppm	82	78

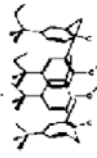
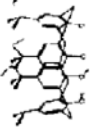
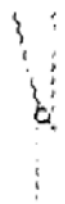

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 171		23,0		64,3 10,0	480	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,01, dilaurato de dibutilestaño: 600 ppm, agua: 0,5 % en peso	66	63

[Tabla 17]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar-éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxí aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar-éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar-éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 172		24,7		73,0	16	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005	100	95
Ejemplo 173		24,7		75,0	90	ion de Fe: 5 ppm, ion de Ni: 15 ppm, oxígeno: 50 ppm	97	92
Ejemplo 174		32,0		68,0	5		99	95
Ejemplo 175		24,6	 	23,0 50,1	305	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 60 ppm	96	91
Ejemplo 176		22,0		75,0	12	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	100	94
Ejemplo 177		22,3		76,0	11	ion de Fe: 5 ppm, ion de Ni: 5 ppm, oxígeno: 50 ppm	97	31

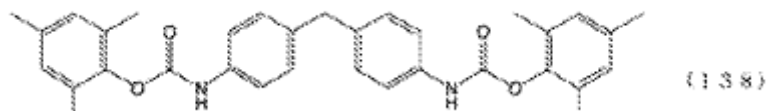
[Tabla 18]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 178		1,5		98,0	1030	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, dilaurato de dibutilestano: 60 ppm	75	10
Ejemplo 179		45,0		30,0 25,0	18		98	87
Ejemplo 180		2,8		70,0 27,0	18	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,01	80	20
Ejemplo 181		6,0		94,5	10	Urea: 0,005, compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,0015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,001	77	40

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxí aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 182		4,0		95,5	2800	Urea: 0,06, compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,01	84	34
Ejemplo 183		1,2		98,0	3050	Urea: 0,06, compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,01	78	18

[Ejemplo 184]

Una composición que contiene un 26 % en peso de un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (138), un 67 % en peso de una composición de hidroxí aromático en forma de 2,4,6-trimetil fenol, 10 ppm de amoniaco, 1 de urea (proporción del número de moléculas de urea con respecto al número de grupos de -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de mesitilo (proporción del número de moles de carbamato de mesitilo con respecto al número de grupos -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) se puso en un recipiente de almacenamiento SUS de 100 l, seguido de reemplazo del interior del recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y almacenando durante 1095 días en un entorno de almacenamiento localizado en el distrito de Kojima de la ciudad Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el periodo de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40 °C (controlada a aproximadamente de 30 a 50 °C). Durante el periodo de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0 °C o aumentó a aproximadamente 50 °C debido a los efectos de las interrupciones de agua, apagones y mantenimiento de los servicios de la fábrica. Además, una vez la temperatura se elevó a aproximadamente 80 °C debido a un mal funcionamiento. Cuando la composición se almacenó después del almacenamiento, el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido a un 98 %mol en comparación con antes del almacenamiento. Después del periodo de almacenamiento, la composición se calentó a 180 °C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230 °C) a un destilador de película fina usando una bomba de líquidos. Una reacción de descomposición térmica se realizó mientras se confirmaban las condiciones de funcionamiento que contiene una temperatura del destilador de película fina de 230 °C, tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos, y presión dentro de un intervalo de 0,1 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las proximidades de la mitad de una columna de destilación con bandeja tamizadora que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se realizó mientras se reducía la presión desde presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de fase líquida en la porción inferior de la columna de destilación de 150 a 300 °C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue aproximadamente 0,5 KPa). El isocianato obtenido a partir del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma de bis(4-isocianatofenil) metano se obtuvo desde la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio a la finalización del funcionamiento debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel más alto de rendimiento durante el periodo de funcionamiento, el rendimiento del bis(4-isocianatofenil) metano basado en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido al inicio del almacenamiento fue 97 %mol. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y transporte, y no se observó la formación de sólido dentro de la columna de destilación.

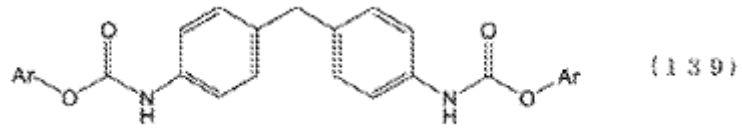


[Ejemplos 185 a 192 y Ejemplo Comparativo 11]

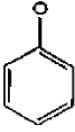


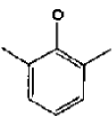
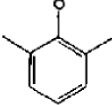
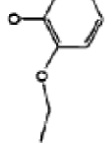
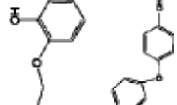


Se realizaron almacenamiento y descomposición térmica en composiciones en las mismas condiciones que el Ejemplo 184 con la excepción de las proporciones de materiales compuestos del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, composición de hidroxí aromático, amoniaco y derivado de ácido carbónico y similares, y los resultados de la destilación de muestran en las Tablas 19 y 20. Cuando se usa un compuesto hidroxí aromático que tiene un punto de ebullición convencional superior al punto de ebullición convencional de bis(4-isocianatofenil) metano, una columna de destilación empaquetada que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 20 placas teóricas (envoltorio: Metal Gauze CY Packing fabricado por Sulzer Chemtech Ltd.) se instaló junto con la columna de destilación descrita previamente, y una fase líquida extraída desde la parte inferior de la columna de destilación de placa tamizadora se introdujo en las proximidades de la mitad de la columna de destilación empaquetada para separar el bis(4-isocianatofenil) metano y el compuesto hidroxí aromático (el rendimiento de bis(4-isocianatofenil) metano se muestra como el valor obtenido analizando la fase líquida en la parte inferior de la columna de destilación de placa tamizadora; la columna de destilación empaquetada se instaló para el propósito de purificación industrial).

En las tablas, un grupo Ar-O- representa un grupo Ar-O- que compone un grupo -O-Ar de ácido carbámico en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido (en concreto, el grupo Ar-O en la siguiente fórmula (139)), y ArOH representa un compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático. El contenido de cada componente en la composición se representa como un porcentaje en peso (%) obtenido redondeando los contenidos de -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido, composición de hidroxí aromático y agua al número de dígitos significativos de los aparatos de análisis o menos, el amoniaco y componentes metálicos se expresan en ppm, mientras que otros componentes (tales como derivado del ácido carbónico) se indican como la proporción del número de moléculas con respecto a grupos -O-Ar de ácido carbámico del -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido. (A menos

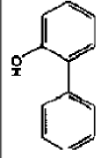
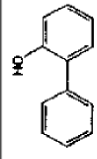
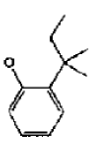
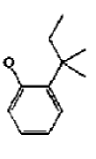
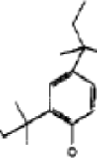
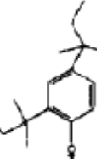
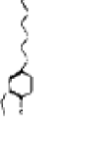
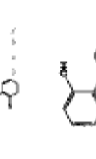
que se indique lo contrario, no sucedieron fenómenos, tales como obstrucción o formación de sólido durante el almacenamiento o transferencia),



[Tabla 19]

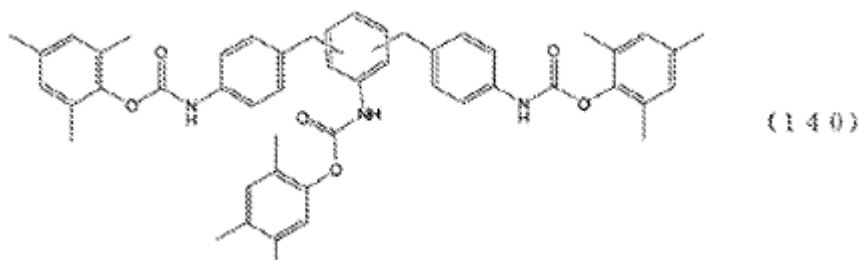
	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidróxi aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (%mol) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 185		11,0		88,0	8	Urea: 0,001, carbamato de fenilo no N-sustituido: 0,001	92,2	87,5
Ejemplo comparativo 11		97,6			5	Dilaurato de dibutil estaño: 2010 ppm	12,5	(Formación de sólido, obstrucción de bomba)
Ejemplo 186		38,0		61,0	12	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	97,0	94,5
Ejemplo 187		22,0		17,0 55,0	29	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005, dilaurato de dibutilestaño: 60 ppm	96,0	92,2
Ejemplo 188		23,0		74,0	15	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	97,0	93,7

[Tabla 20]

	grupo Ar-O	Contenido de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en la composición (% en peso)	ArOH	Contenido de compuesto hidroxil aromático en la composición (% en peso)	Contenido de amoniaco en la composición (ppm)	Otros componentes y contenidos de los mismos en la composición (%)	Cantidad de O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido después de almacenamiento frente antes de almacenamiento (%mol)	Rendimiento de isocianato (mol%) (rendimiento molar frente a O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido antes de almacenamiento)
Ejemplo 189		25,5		72,0	20	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	97,0	93,6
Ejemplo 190		41,0		57,0	18	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	97,0	88,0
Ejemplo 191		23,0		75,0	18	Compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,015, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,005	78,8	74,9
Ejemplo 192		2,0		47,0 50,0	2050	Urea: 0,05, compuestos totales que contienen grupo ureileno: 0,005, compuestos que contienen grupo biurete terminal: 0,01	74,2	18,0

[Ejemplo 193]

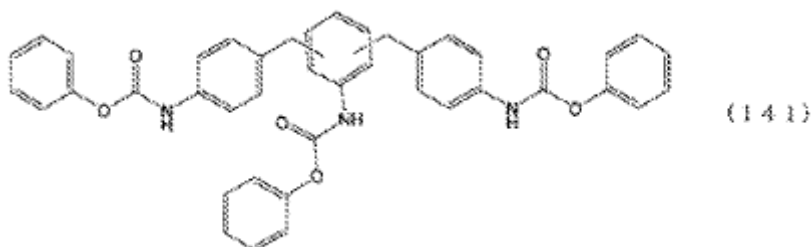
Una composición que contiene un 36 % en peso de un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (140) (que tiene diferentes posiciones reticuladas de grupo metileno, y que tiene una estructura trimérica como se muestra en la siguiente fórmula para la estructura media de la misma), un 61 % en peso de una composición de hidroxí aromático en forma de 2,4,6-trimetil fenol, 10 ppm de amoníaco, 0,01 de urea (proporción del número de moléculas de urea con respecto al número de grupos de -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de mesitilo (proporción del número de moles de carbamato de mesitilo con respecto al número de grupos -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) se puso en un recipiente de almacenamiento SUS de 100 l, seguido de reemplazo del interior del recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y almacenando durante 1095 días en un entorno de almacenamiento localizado en el distrito de Kojima de la ciudad Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el periodo de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40 °C (controlada a aproximadamente de 30 a 50 °C). Durante el periodo de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0 °C o aumentó a aproximadamente 50 °C debido a los efectos de las interrupciones de agua, apagones y mantenimiento de los servicios de la fábrica. Además, una vez la temperatura se elevó a aproximadamente 80 °C debido a un mal funcionamiento. Cuando la composición se almacenó después del almacenamiento, el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido a un 99 %mol en comparación con antes del almacenamiento. Después del periodo de almacenamiento, la composición se calentó a 180 °C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230 °C) a un destilador de película fina usando una bomba de líquidos. Una reacción de descomposición térmica se realizó mientras se confirmaban las condiciones de funcionamiento que contiene una temperatura del destilador de película fina de 230 °C, tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos, y presión dentro de un intervalo de 0,1 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las proximidades de la mitad de una columna de destilación con bandeja tamizadora que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se realizó mientras se reducía la presión desde presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de fase líquida en la porción inferior de la columna de destilación 150 a 300 °C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue aproximadamente 0,5 KPa). El isocianato obtenido a partir del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido (compuesto en el que el grupo de éster del ácido carbámico del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se ha vuelto grupos isocianato) se obtuvo desde la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio a la finalización del funcionamiento debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel más alto de rendimiento durante el periodo de funcionamiento, el rendimiento del isocianato basado en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido al inicio del almacenamiento fue 95 %mol. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y transporte, y no se observó la formación de sólido dentro de la columna de destilación.



[Ejemplo 194]

Una composición que contiene un 26 % en peso de un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido en forma del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (141) (que tiene diferentes posiciones reticuladas de grupo metileno, y que tiene una estructura trimérica como se muestra en la siguiente fórmula para la estructura media de la misma), 72 % en peso de una composición de hidroxí aromático en forma de fenol, 11 ppm de amoníaco, 0,01 de urea (proporción del número de moléculas de urea con respecto al número de grupos de -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) y 0,001 de carbamato de fenilo (proporción del número de moles de carbamato de fenilo con respecto al número de grupos -O-Ar éster del ácido carbámico en el -O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido) se puso en un recipiente de almacenamiento SUS de 100 l, seguido de reemplazo del interior del recipiente de almacenamiento con nitrógeno, y almacenando durante 1095 días en un entorno de almacenamiento localizado en el distrito de Kojima de la ciudad Kurashiki en la prefectura de Okayama, Japón. Durante el periodo de almacenamiento, el recipiente se calentó con una camisa de agua caliente circulante a 40 °C (controlada a aproximadamente de 30 a 50 °C). Durante el periodo de almacenamiento, la temperatura cayó ocasionalmente a aproximadamente 0 °C o aumentó a aproximadamente 50 °C debido a los efectos de las interrupciones de agua, apagones y mantenimiento de los servicios de la fábrica. Además, una vez la temperatura se elevó a aproximadamente 80 °C debido a un mal funcionamiento. Cuando la composición se almacenó después del almacenamiento, el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido estaba contenido a un 97 %mol en comparación con antes del almacenamiento. Después del periodo de almacenamiento, la composición se calentó a

180 °C y se transfirió a través de un precalentador (dispositivo para precalentar la composición a 230 °C) a un destilador de película fina usando una bomba de líquidos. Una reacción de descomposición térmica se realizó mientras se confirmaban las condiciones de funcionamiento que contiene una temperatura del destilador de película fina de 230 °C, tiempo de residencia dentro de un intervalo de 60 a 120 segundos, y presión dentro de un intervalo de 0,1 a 1 kPa, la fase gaseosa se introdujo en las proximidades de la mitad de una columna de destilación con bandeja tamizadora que tiene un diámetro interno de 2,5 pulgadas y 40 placas teóricas (el funcionamiento de la columna de destilación se realizó mientras se reducía la presión desde presión normal a presión reducida dentro de un intervalo de temperaturas de fase líquida en la porción inferior de la columna de destilación de 150 a 300 °C y confirmando las condiciones de funcionamiento; la presión mínima durante el funcionamiento fue aproximadamente 0,5 KPa). El isocianato obtenido a partir del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido (compuesto en el que el grupo de éster del ácido carbámico del O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se ha vuelto grupos isocianato) se obtuvo desde la parte inferior de la columna de destilación. Aunque el rendimiento cambió desde el inicio a la finalización del funcionamiento debido a fluctuaciones en las condiciones de funcionamiento, al nivel más alto de rendimiento durante el periodo de funcionamiento, el rendimiento del isocianato basado en el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido al inicio del almacenamiento fue 97 %mol. No hubo obstrucción de las líneas durante el almacenamiento y transporte, y no se observó la formación de sólido dentro de la columna de destilación.



La presente solicitud reivindica prioridad basada en las solicitudes de patente japonesa (Solicitud de patente japonesa N.º 2009-192250 y Solicitud de patente japonesa N.º 2009-192268) presentada con la Oficina de Patentes Japonesa el 21 de agosto de 2009.

Aplicabilidad industrial

El método de producción de la presente realización hace posible producir éster de ácido carbámico N-sustituido sin exacerbar las unidades originales de urea. Además, puesto que el éster de ácido carbámico N-sustituido obtenido con el método de producción de la presente realización está preferible como un material de partida para la producción de isocianato sin utilizar fosgeno extremadamente tóxico, el método de producción según se reivindica en la presente realización es extremadamente útil industrialmente. Además, de acuerdo con la presente invención, la producción de éster de ácido carbámico N-sustituido puede realizarse a lo largo de un gran periodo de tiempo siendo capaz de evitar la adhesión y acumulación de subproductos poliméricos en el recipiente de reacción durante la producción de éster del ácido carbámico N-sustituido, teniendo por tanto un alto valor comercial.

Descripción de los Números de Referencia

[FIG. 21] 101, 104, 105: tanque de almacenamiento, 102: columna empaquetada, 103: condensador, 106: recalentador, 107: separador de gas-líquido, 1, 2, 3, 4, 5: línea

[FIG. 22] 201, 205, 204: tanque de almacenamiento, 202: columna empaquetada, 203: condensador, 206: recalentador, 20, 21, 22, 23: línea

[FIG. 23] 301, 306, 307, 309, 313, 315: tanque de almacenamiento, 302, 310: columna empaquetada, 308: tanque de agitación, 303, 311: condensador, 305, 314: recalentador, 304, 312: separador de gas-líquido, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39: línea

[FIG. 24] 400, 401, 402, 404, 409, 410, 413: tanque de almacenamiento, 403: tanque de agitación, 406, 411: condensador, 407: recalentador, 408, 412: separador de gas-líquido, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49: línea, 405: columna empaquetada

[FIG. 25] 501, 506, 507, 508, 510, 514, 516: tanque de almacenamiento, 502, 511: columna empaquetada, 509: tanque de agitación, 503, 512: condensador, 505, 515: recalentador, 504, 513: separador de gas-líquido, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61: línea

[FIG. 26] 600, 601, 602, 604, 609, 610, 613: tanque de almacenamiento, 603: tanque de agitación, 606, 611: condensador, 605: columna empaquetada, 607: recalentador, 608, 612: separador de gas-líquido, 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69: línea

[FIG. 27] 701, 703, 707, 709: tanque de almacenamiento, 702: evaporador de película fina, 704: columna empaquetada, 705: condensador, 706: separador de gas-líquido, 708: recalentador, 70, 71, 72, 73, 74, 75, 76: línea

[FIG. 28] 801, 803, 808, 812, 814: tanque de almacenamiento, 802: evaporador de película fina, 804, 809: columna empaquetada, 805, 810: condensador, 807, 813: recalentador, 806, 811: separador de gas-líquido, 80, 81, 82, 83, 84, 86, 87, 88, 89, 90, 91: línea [FIG. 29] 1001, 1003, 1008, 1013, 1018, 1019: tanque de almacenamiento, 1002: evaporador de película fina, 1004, 1009, 1014: columna de destilación, 1108: tanque de agitación, 1005, 1010, 1015: condensador, 1007, 1012, 1017: recalentador, 1006, 1011, 1016: separador de gas-líquido, A1, A2, A3, A4, A5, A6, A7, A8, A9, A10, A11, A12, A13, A14, A15: línea
 [FIG. 30] 1100, 1101, 1102, 1104, 1107, 1110: tanque de almacenamiento, 1108: tanque de agitación, 1105: condensador, 1106: separador de gas-líquido, B0, B1, B2, B3, B4, B5, B6: línea
 [FIG. 31] 1201, 1204, 1205: tanque de almacenamiento, 1202: columna empaquetada, 1203: condensador, 1206: recalentador, 1207: separador de gas-líquido, C1, C2, C3, C4: línea

La divulgación se describirá ahora con mayor detalle en los siguientes párrafos numerados:

1. Un método para producir un éster de ácido carbámico N-sustituido obtenido a partir de una amina orgánica a partir de una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxilo que contiene uno o más tipos de compuestos hidroxilo, en el que la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxilo se hacen reaccionar usando un recipiente de reacción de producción de uretano provisto de un condensador,

un gas que contiene la composición de hidroxilo, un compuesto que tiene un grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico, y amoníaco formado como un subproducto en la reacción, se introduce en el condensador provisto en el recipiente de producción de uretano, y la composición de hidroxilo y el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico se condensan, y

en el que una proporción estequiométrica de un compuesto hidroxilo contenido en la composición de hidroxilo condensado con respecto al compuesto condensado que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico es 1 o más, y una proporción del número de grupos carbonilo (-C(=O)-) contenidos en el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico y el número de moléculas de amoníaco contenidas en amoníaco recuperado como un gas desde el condensador es 1 o menos.

2. El método de producción de acuerdo con el párrafo 1, en el que el compuesto hidroxilo es un alcohol o compuesto hidroxilo aromático.

3. El método de producción de acuerdo con el párrafo 1, en el que la composición de hidroxilo y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico que se han condensado mediante el condensador se reutilizan en la reacción.

4. El método de producción de acuerdo con el párrafo 1, en el que la composición de hidroxilo y el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico que se han condensado mediante el condensador se hacen circular dentro del recipiente de reacción de producción de uretano.

5. El método de producción de acuerdo con el párrafo 1, en el que el derivado de ácido carbónico es urea y/o éster del ácido carbámico.

6. El método de producción de acuerdo con el párrafo 1, en el que el éster de ácido carbámico N-sustituido se produce por un proceso que comprende las siguientes etapas (a) y (b):

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

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

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

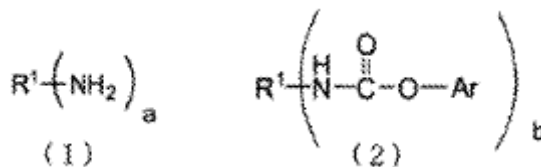
7. El método de producción de acuerdo con el párrafo 6, en el que el compuesto hidroxilo es un alcohol o compuesto hidroxilo aromático.

8. El método de producción de acuerdo con el párrafo 6, en el que el derivado de ácido carbónico de la etapa (a) es urea y/o un éster del ácido carbámico.

9. El método de producción de acuerdo con el párrafo 6, en el que la reacción de la etapa (a) se realiza en presencia de al menos un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en agua, un alcohol y un compuesto hidroxilo aromático.

10. El método de producción de acuerdo con el párrafo 6, en el que la composición de hidroxilo y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico, que se han condensado mediante el condensador de la etapa (b), se reutiliza en la reacción de la etapa (a).
- 5 11. El método de producción de acuerdo con el párrafo 5 u 8, en el que el éster de ácido carbámico es un éster del ácido carbámico producido de acuerdo con la siguiente etapa (c):
etapa (c): una etapa de producción del éster del ácido carbámico haciendo reaccionar una composición de hidroxilo c (en el que la composición de hidroxilo c representa una composición que comprende uno o más tipos de compuestos hidroxilo) y urea.
- 10 12. El método de producción de acuerdo con el párrafo 11, en el que el compuesto hidroxilo que compone la composición de hidroxilo c es un alcohol y/o un compuesto hidroxilo aromático.
- 15 13. El método de producción de acuerdo con el párrafo 1 o 6, en el que la composición de hidroxilo condensado y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del éster del ácido carbámico se reutiliza en la etapa (c).
- 20 14. Un método para producir un éster de ácido carbámico N-sustituido a partir de una amina orgánica, un derivado de ácido carbónico y una composición de hidroxilo que contiene uno o más tipos de compuestos hidroxilo, comprendiendo el método las etapas (a) y (b):
etapa (a): una etapa de obtención de una mezcla de reacción que contiene un compuesto que tiene un grupo ureido haciendo reaccionar la amina orgánica y el derivado de ácido carbónico; y
etapa (b): una etapa de producción del éster de ácido carbámico N-sustituido haciendo reaccionar el compuesto que tiene el grupo ureido, que se obtiene en la etapa (a) y la composición de hidroxilo usando un recipiente de reacción de producción de uretano provisto de un condensador,
- 25 en el que un gas que contiene la composición de hidroxilo, el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico y un amoníaco producido como un subproducto en la reacción se introduce en el condensador provisto en el recipiente de reacción de producción de uretano y una composición de hidroxilo y el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico se condensan.
- 30 15. El método de producción de acuerdo con el párrafo 14, en el que el compuesto hidroxilo es un alcohol y/o compuesto hidroxilo aromático.
- 35 16. El método de producción de acuerdo con el párrafo 14, en el que el derivado de ácido carbónico de la etapa (a) es urea y/o un éster del ácido carbámico.
- 40 17. El método de producción de acuerdo con el párrafo 14, en el que la reacción de la etapa (a) se realiza en presencia de al menos un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en agua, un alcohol y un compuesto hidroxilo aromático.
- 45 18. El método de producción de acuerdo con el párrafo 14, en el que la composición de hidroxilo y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico, que se han condensado mediante el condensador de la etapa (b), se reutiliza en la etapa (a).
- 50 19. El método de producción de acuerdo con el párrafo 16, en el que el éster de ácido carbámico es un éster del ácido carbámico producido de acuerdo con la siguiente etapa (c):
etapa (c): una etapa de producción del éster del ácido carbámico haciendo reaccionar la composición de hidroxilo c y urea.
- 55 20. El método de producción de acuerdo con el párrafo 19, en el que un compuesto hidroxilo que compone la composición de hidroxilo c es un alcohol y/o compuesto hidroxilo aromático.
- 60 21. El método de producción de acuerdo con el párrafo 19, en el que la composición de hidroxilo condensada y/o el compuesto que tiene el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico se reutiliza en la etapa (c).
- 65 22. El método de producción de acuerdo con el párrafo 1 o 14, en el que el recipiente de reacción de producción de uretano es un recipiente de reacción de tipo tanque y/o de tipo columna provisto de un condensador.
23. El método de producción de acuerdo con el párrafo 1 o 14, en el que el recipiente de reacción de producción de uretano tiene una fase de gas que contiene la composición de hidroxilo, teniendo el compuesto el grupo carbonilo obtenido a partir del derivado de ácido carbónico y el amoníaco formado como un subproducto en la reacción, y una fase líquida en la que se realiza la reacción, y el contenido volumétrico de la fase líquida en el recipiente de reacción de producción de uretano es 50 % o inferior.

24. El método de producción de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos 2, 7 o 15, en el que el compuesto hidroxí es un compuesto hidroxí aromático, la amina orgánica es un compuesto representado por la siguiente fórmula (1), y el éster de ácido carbámico N-sustituido producido es un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (2):



(en la que

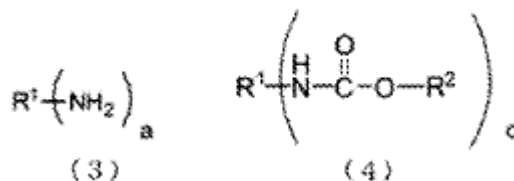
R¹ representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con grupos amino,

Ar representa un grupo obtenido a partir de un compuesto hidroxí aromático que es un residuo en el que se ha retirado un solo grupo hidroxí enlazado a un anillo aromático del compuesto hidroxí aromático,

a representa un número entero de 1 a 10, y

b representa un número entero de 1 a a).

25. El método de producción de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos 2, 7 o 15, en el que el compuesto hidroxí es un alcohol, la amina orgánica es un compuesto representado por la siguiente fórmula (3), y el éster de ácido carbámico N-sustituido producido es un O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (4):



(en la que

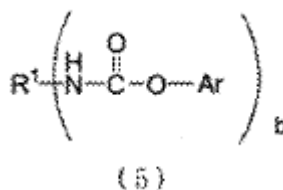
R¹ representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con grupos amino,

R² representa un grupo obtenido a partir de un alcohol que es un residuo en el que se ha retirado un solo grupo hidroxí enlazado a un átomo de carbono saturado del alcohol desde el alcohol,

a representa un número entero de 1 a 10, y

c representa un número entero de 1 a a).

26. El método de producción de acuerdo con el párrafo 25, en el que un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (5) y que tiene un grupo éster obtenido a partir del compuesto hidroxí aromático se produce haciendo reaccionar el O-R² éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (4) anterior y el compuesto hidroxí aromático:

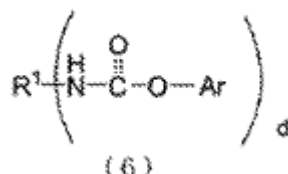


(en la que

R¹ representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con grupos amino, Ar representa un grupo obtenido a partir de un compuesto hidroxí aromático que es un residuo en el que se ha retirado un solo grupo hidroxí enlazado a un anillo aromático del compuesto hidroxí aromático desde el compuesto hidroxí aromático, y

b representa un número entero de 1 a a (en el que el a es el mismo que se ha definido en la fórmula (3) anterior, y representa un número entero de 1 a 10)).

27. Una composición para transferir y almacenar un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que comprende el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (6), y una composición de hidroxi aromático que contiene uno o más tipos de compuestos hidroxi aromáticos, en la que una proporción del número del compuesto hidroxi aromático que compone la composición de hidroxi aromático (B) con respecto al número de grupos éster que componen el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido (A) está dentro de un intervalo de 1 a 100:



(en la que

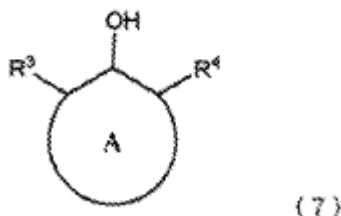
R¹ representa un grupo orgánico que tiene de 1 a 85 átomos de carbono y que está sustituido con grupos amino, Ar representa un residuo en que un solo grupo hidroxi enlazado a un anillo aromático de un compuesto hidroxi aromático se ha retirado del compuesto hidroxi aromático (y el compuesto hidroxi aromático pueden ser iguales o diferentes del compuesto hidroxi aromático que compone la composición de hidroxi aromático), y d representa un número entero de 1 a 10).

28. La composición para transferir y almacenar de acuerdo con el párrafo 27, en la que el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido es un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido producido a partir de la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxi aromático, y la composición para transferir y almacenar es una composición que contiene al menos un tipo de compuesto que es urea y/o éster del ácido carbámico y/o biurete y/o compuesto que tiene un grupo biurete terminal, (-NH-(C=O)-NH-(C=O)-NH₂), se obtiene a partir de una amina orgánica y se forma en una reacción de la amina orgánica, el derivado de ácido carbónico y la composición de hidroxi aromático.

29. La composición para transferir y almacenar de acuerdo con el párrafo 27, en el que la composición para transferir y almacenar contiene un éster del ácido carbónico obtenido a partir de la composición de hidroxi aromático.

30. El método de producción de acuerdo con el párrafo 24 o 26, en el que el compuesto hidroxi aromático es un compuesto hidroxi aromático de monovalente a trivalente (en concreto, número de grupos hidroxi enlazados al anillo aromático es un número entero de 1 a 3).

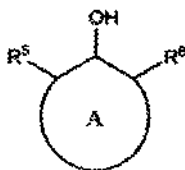
31. El método de producción de acuerdo con el párrafo 30, en el que el compuesto hidroxi aromático es un compuesto hidroxi aromático representado por la siguiente fórmula (7):



(en la que

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R³ y R⁴ respectivamente e independientemente representan un átomo de hidrógeno o un grupo orgánico, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxi aromático es un número entero de 6 a 50, y R³ y R⁴ pueden formar una estructura de anillo mediante enlace con A).

32. El método de producción de acuerdo con el párrafo 31, en el que al menos uno de los compuestos hidroxí aromáticos que componen la composición de hidroxí es un compuesto hidroxí aromático representado por la siguiente fórmula (8):



(8)

5

(en la que

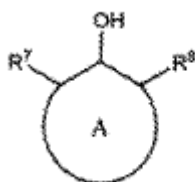
10 el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R^5 y R^6 respectivamente e independientemente representan cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxí aromático es un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

- 15 (i) un átomo de hidrógeno,
 (ii) un átomo de halógeno,
 (iii) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo el hidrógeno enlazado al átomo de nitrógeno en la posición α), siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno secundario (en concreto, un átomo de nitrógeno que forma un enlace de -NH-),
 20 (iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario o secundario (en concreto, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace de -CH₂-), con la condición de que en el caso de que R^5 y/o R^6 formen una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo aromático A y el anillo condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y en el caso de que el carbono en la posición α forme un doble enlace o un triple enlace con un átomo de la posición β (átomo que forma el R^5 y R^6 y que también es adyacente a un átomo enlazado al anillo aromático del anillo A) también, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y
 25 (v) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno, y un número de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo).

30

33. El método de producción de acuerdo con el párrafo 32, en el que la composición de hidroxí contiene un compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula anterior (8) junto con un compuesto hidroxí aromático representado por la siguiente fórmula (9):

35



(9)

(en la que

40 el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R^7 y R^8 respectivamente e independientemente representan cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxí aromático es un número entero de 6 a 50, y R^7 y R^8 pueden formar una estructura de anillo mediante enlace con A:

45

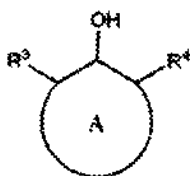
- (i) un átomo de hidrógeno,
 (ii) un átomo de halógeno,
 (iii) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno terciario (en concreto, un átomo de nitrógeno que no tiene ningún átomo de hidrógeno),
 50 (iv) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición α un átomo de

carbono terciario o cuaternario (en concreto, un átomo de carbono que forma un enlace de -CH- o un átomo de carbono no enlazado a hidrógeno); en el caso en que R^7 y/o R^8 forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A, y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono primario o secundario (en concreto, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace de -CH₂-); en el caso de que el carbono en la posición α forme un doble enlace con un átomo en la posición β , el carbono en la posición α es carbono cuaternario; y se excluyen grupos en los que el carbono en la posición α forma un triple enlace con un átomo en la posición β , y (v) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y el número de carbonos es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo).

34. El método de producción de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos 31, 32 o 33, en el que un punto de ebullición convencional del compuesto hidroxil aromático representado por la fórmula (7), la fórmula (8) o la fórmula (9) difiere en 10 °C o más del punto de ebullición convencional de un isocianato en el que todos los grupos amino de la amina orgánica están sustituidos con grupos isocianato (grupos -NCO).

35. La composición de acuerdo con el párrafo 27, en la que el compuesto hidroxil aromático que compone la composición de hidroxil aromático es un compuesto hidroxil aromático de monovalente a trivalente (en concreto, el número de grupos hidroxil enlazados al anillo aromático es un número entero de 1 a 3).

36. La composición de acuerdo con el párrafo 35, en la que el compuesto hidroxil aromático que compone la composición de hidroxil aromático es un compuesto hidroxil aromático representado por la siguiente fórmula (7):

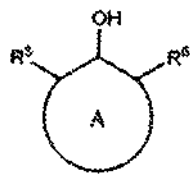


(7)

(en la que

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

37. La composición de acuerdo con el párrafo 36, en el que al menos uno de los compuestos hidroxil aromáticos que componen la composición de hidroxil aromático es un compuesto hidroxil aromático representado por la siguiente fórmula (8):



(8)

(en la que

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

(i) un átomo de hidrógeno,

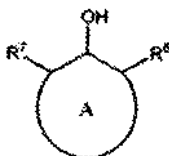
(ii) un átomo de halógeno,

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

(iv) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario

o secundario (en concreto, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace de $-\text{CH}_2-$), con la condición de que en el caso de que R^5 y/o R^6 formen una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo aromático A y el anillo condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y en el caso de que el carbono en la posición α forme un doble enlace o un triple enlace con un átomo de la posición β (átomo que forma el R^5 y R^6 y que también es adyacente a un átomo enlazado al anillo aromático del anillo A) también, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y
 (v) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y el número de carbonos es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo).

38. La composición de acuerdo con el párrafo 37, en el que la composición de hidroxí aromático contiene un compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula anterior (8) junto con un compuesto hidroxí aromático representado por la siguiente fórmula (9):



(9)

(en la que

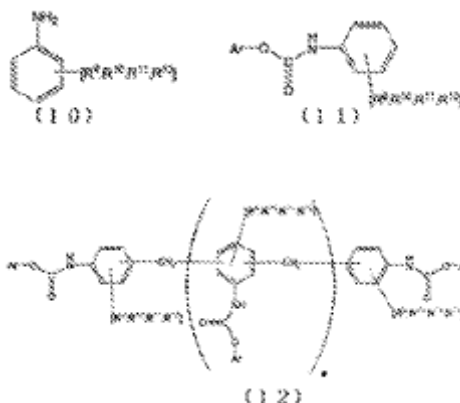
el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R^7 y R^8 respectivamente e independientemente representan cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxí aromático es un número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

- (i) un átomo de hidrógeno,
- (ii) un átomo de halógeno,
- (iii) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno terciario (en concreto, un átomo de nitrógeno que no tiene ningún átomo de hidrógeno),
- (iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición α un átomo de carbono terciario o cuaternario (en concreto, un átomo de carbono que forma un enlace de $-\text{CH}-$ o un átomo de carbono no enlazado a hidrógeno); en el caso en que R^7 y/o R^8 forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A, y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono primario o secundario (en concreto, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace de $-\text{CH}_2-$); en el caso de que el carbono en la posición α forme un doble enlace con un átomo en la posición β , el carbono en la posición α es carbono cuaternario; y se excluyen grupos en los que el carbono en la posición α forma un triple enlace con un átomo en la posición β , y
- (v) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y el número de carbonos es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo).

39. La composición de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos 36, 37 o 38, en el que un punto de ebullición convencional del compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula (7), la fórmula (8) o la fórmula (9) difiere en 10°C o más del punto de ebullición convencional de un isocianato en el que todos los grupos amino de la amina orgánica están sustituidos con grupos isocianato (grupos $-\text{NCO}$).

40. El método de producción de acuerdo con el párrafo 24 o 26, en el que la amina orgánica es una monoamina orgánica representada por la siguiente fórmula (10), se obtiene el mono ($-\text{O}-\text{Ar}$ éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (11), y el mono ($-\text{O}-\text{Ar}$ éster) del ácido carbámico N-sustituido se usa para obtener el poli ($-\text{O}-\text{Ar}$ éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (12) realizando la siguiente etapa (X):

etapa (X): el mono ($-\text{O}-\text{Ar}$ éster) del ácido carbámico N-sustituido y un agente de metalación se hacen reaccionar para reticular grupos aromáticos obtenidos a partir de la monoamina orgánica contenida en el mono ($-\text{O}-\text{Ar}$ éster) del ácido carbámico N-sustituido con grupos metileno ($-\text{CH}_2-$) para obtener el poli ($-\text{O}-\text{Ar}$ éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (12):

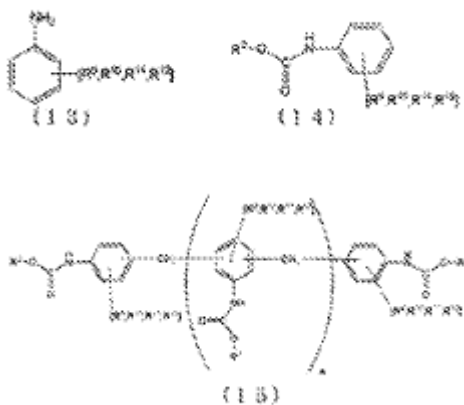


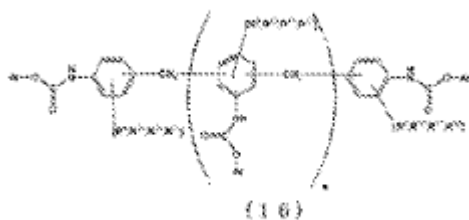
(en la que

5 Ar representa un grupo obtenido a partir de un compuesto hidroxí aromático que es un residuo en el que se ha retirado un solo grupo hidroxí enlazado a un anillo aromático del compuesto hidroxí aromático, R⁹ a R¹² pueden sustituir respectivamente e independientemente el anillo aromático, R⁹ a R¹² pueden enlazarse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático, y representan un átomo de hidrógeno o un grupo compuesto de grupos en los que un grupo alquilo, grupo cicloalquilo, grupo arilo o grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está enlazado mediante enlaces de hidrocarburo saturado y/o enlaces de éter, 10 e representa 0 o un número entero positivo, y un número total de átomos de carbono que componen la monoamina orgánica representada por la fórmula (10) es un número entero de 6 a 50).

15 41. El método de producción de acuerdo con el párrafo 25, en el que la amina orgánica es una monoamina orgánica representada por la siguiente fórmula (13), se obtiene el mono (-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (14), y el mono (-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido se usa para obtener un poli (-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (16) realizando las siguientes etapas (X) y (Y): 20

etapa (X): el mono (-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido y un agente de metalación se hacen reaccionar para reticular grupos aromáticos obtenidos a partir de la monoamina orgánica contenida en el mono (-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido con grupos metileno (-CH₂-) para obtener el poli (-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (15); y, 25 etapa (Y): el poli (-O-R² éster) del ácido carbámico N-sustituido producido en la etapa (X) se hace reaccionar con un compuesto hidroxí aromático para producir un poli (-O-Ar éster) del ácido carbámico N-sustituido que tiene grupos éster obtenidos a partir del compuesto hidroxí aromático representado por la siguiente fórmula (16): 30



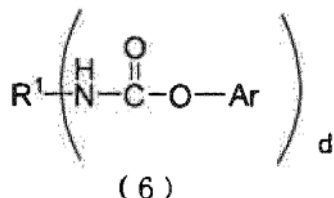


(en la que

- 5 R^9 a R^{12} pueden sustituir respectivamente e independientemente el anillo aromático, R^9 a R^{12} pueden enlazarse mutuamente para formar un anillo con el anillo aromático, y representan átomos de hidrógeno o grupos compuestos de grupos en los que un grupo alquilo, grupo cicloalquilo, grupo arilo o grupo seleccionado entre el grupo que consiste en estos grupos está enlazado mediante enlaces de hidrocarburo saturado y/o enlaces de éter,
- 10 R^2 representa un grupo obtenido a partir de un alcohol que es un residuo en el que se ha retirado un solo grupo hidroxilo enlazado a un átomo de carbono saturado del alcohol desde el alcohol,
 Ar representa un grupo obtenido a partir de un compuesto hidroxilo aromático que es un residuo en el que un solo grupo hidroxilo enlazado a un anillo aromático del compuesto hidroxilo aromático se ha retirado del compuesto hidroxilo aromático;
- 15 e representa 0 o un número entero positivo, y
 un número total de átomos de carbono que componen la monoamina orgánica representada por la fórmula (13) es un número entero de 6 a 50).
- 20 42. Un método de producción de isocianato, que comprende: recuperar un isocianato y un compuesto hidroxilo aromático que se forman sometiendo el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos 24, 26, 40 y 41 a una reacción de descomposición térmica.
- 25 43. Un método de producción de isocianato, que comprende: recuperar un isocianato y un compuesto hidroxilo aromático que se forman transfiriendo la composición para transferir y almacenar un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos 27 a 29 en un recipiente de reacción de descomposición térmica, y someter el éster de ácido carbámico N-sustituido a una reacción de descomposición térmica.
- 30 44. El método de producción de acuerdo con el párrafo 42 o 43, en el que el compuesto hidroxilo aromático recuperado de acuerdo con el párrafo 42 o 43 se reutiliza como el compuesto hidroxilo aromático de acuerdo con el párrafo 2, y/o el compuesto hidroxilo aromático de acuerdo con el párrafo 7, y/o el compuesto hidroxilo aromático de acuerdo con el párrafo 9, y/o el compuesto hidroxilo aromático de acuerdo con el párrafo 12, y/o el compuesto hidroxilo aromático de acuerdo con el párrafo 15, y/o el compuesto hidroxilo aromático de acuerdo con párrafo 17, y/o el compuesto hidroxilo aromático de acuerdo con el párrafo 20.
- 35 45. El método de producción de acuerdo con el párrafo 42 o 43, en el que un líquido residual que contiene O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido sin reaccionar recuperado de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica se transfiere de nuevo al recipiente de reacción de descomposición térmica, y el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se somete a una reacción de descomposición térmica.
- 40 46. El método de producción de acuerdo con el párrafo 42 o 43, en el que el isocianato producido en el método de producción de acuerdo con el párrafo 42 o 43 contiene de 1 a 1000 ppm del compuesto hidroxilo aromático que compone la composición de hidroxilo aromático basada en el isocianato.
- 45 47. El método de producción de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos 1, 11, 14 o 19, en el que el amoniaco recuperado en forma de gas se hace reaccionar con dióxido de carbono para producir, y la urea se reutiliza.

REIVINDICACIONES

1. Una composición para transferir y almacenar un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido que comprende el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la siguiente fórmula (6), y una composición de hidroxí aromático que contiene uno o más tipos de compuestos hidroxí aromáticos, en la que la proporción del número (B) de moléculas del compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático respecto al número (A) de grupos éster que componen el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido está dentro del intervalo de 1 a 100:



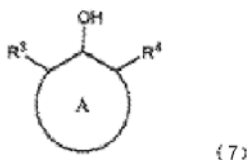
- en la que Ar representa un residuo en el que un único grupo hidroxí unido a un anillo aromático de un compuesto hidroxí aromático ha sido eliminado del compuesto hidroxí aromático, y el compuesto hidroxí aromático puede ser el mismo o diferente del compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático, y el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (6) es:
- (1) un éster de ácido monocarbámico orgánico N-aromático en el que R¹ representa un grupo orgánico que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico, y en el que d es 1;
 - (2) un éster de ácido policarbámico orgánico N-aromático en el que R¹ representa un grupo orgánico que tiene de 6 a 85 átomos de carbono y contiene uno o más tipos de anillos aromáticos sustituidos con un grupo éster del ácido carbámico, y en el que d es un número entero de 2 a 10;
 - (3) un éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que R¹ representa un grupo alifático que tiene de 1 a 85 átomos de carbono, y en el que d es 2 o 3.

2. La composición para transferir y almacenar de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (6) es un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido producido a partir de una amina orgánica, un derivado del ácido carbónico y la composición de hidroxí aromático, y la composición para transferir y almacenar es una composición que contiene al menos un tipo de compuesto que es urea y/o éster del ácido carbámico y/o biurete y/o un compuesto que tiene un grupo biurete terminal, (-NH-(C=O)-NH-(C=O)-NH₂), deriva de una amina orgánica y se forma en una reacción de la amina orgánica, el derivado del ácido carbónico y la composición de hidroxí aromático.

3. La composición para transferir y almacenar de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la composición para transferir y almacenar contiene un éster del ácido carbónico derivado de la composición de hidroxí aromático.

4. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático es un compuesto hidroxí aromático de monovalente a trivalente, en el que el número de grupos hidroxí unidos al anillo aromático es un número entero de 1 a 3.

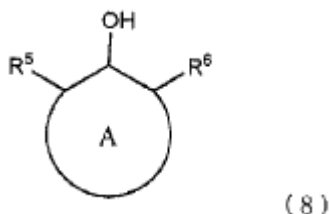
5. La composición de acuerdo con la reivindicación 4, en la que el compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático es un compuesto hidroxí aromático representado por la siguiente fórmula (7):



- en la que

- el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R³ y R⁴ respectivamente e independientemente representan un átomo de hidrógeno o un grupo orgánico, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxí aromático es un número entero de 6 a 50, y R³ y R⁴ pueden formar una estructura de anillo mediante enlace con A.

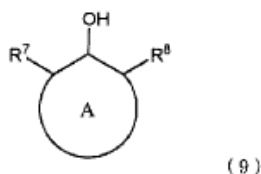
6. La composición de acuerdo con la reivindicación 5, en la que al menos uno de los compuestos hidroxí aromáticos que componen la composición de hidroxí aromático es un compuesto hidroxí aromático representado por la siguiente fórmula (8):



5 en la que
 10 el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R⁵ y R⁶ respectivamente e independientemente representan cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxí aromático es un número entero de 6 a 50,
 y
 R⁵ y R⁶ pueden formar una estructura de anillo mediante enlace con A:

- 15 (i) un átomo de hidrógeno,
 (ii) un átomo de halógeno,
 (iii) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, excluyendo el hidrógeno enlazado al átomo de nitrógeno en la posición α , siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno secundario, en concreto, un átomo de nitrógeno que forma un enlace de -NH-,
 20 (iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono un átomo de carbono primario o secundario, en concreto, un carbono de un grupo metilo o un carbono que forma un enlace de -CH₂-, con la condición de que en el caso de que R⁵ y/o R⁶ formen una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo aromático A y el anillo condensado tiene 6 miembros o menos, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y en el caso de que el carbono en la posición α forme un doble enlace o un triple enlace con un átomo de la posición β , en concreto, el átomo que forma el R⁵ y R⁶ y que también es adyacente a un átomo enlazado al anillo aromático del anillo A también, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario, y
 25 (v) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno, y un número de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo.

7. La composición de acuerdo con la reivindicación 6, en la que la composición de hidroxí aromático contiene un compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula anterior (8) junto con un compuesto hidroxí aromático representado por la siguiente fórmula (9):



40 en la que
 el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático, individual o múltiple, opcionalmente sustituido, R⁷ y R⁸ respectivamente e independientemente representan cualquier grupo definido en (i) a (v) más adelante, el número de átomos de carbono que componen el compuesto hidroxí aromático es un número entero de 6 a 50,
 y
 45 R⁷ y R⁸ pueden formar una estructura de anillo mediante enlace con A:

- (i) un átomo de hidrógeno,
 (ii) un átomo de halógeno,
 50 (iii) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de nitrógeno un átomo de nitrógeno terciario, en concreto, un átomo de nitrógeno que no tiene ningún átomo de hidrógeno,

- 5 (iv) un grupo en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono y el número de átomos de carbono es de 1 a 44, y que no contiene hidrógeno activo, siendo el átomo de carbono en la posición α un átomo de carbono terciario o cuaternario, en concreto, un átomo de carbono que forma un enlace de -CH- o un átomo de carbono no enlazado a hidrógeno; en el caso en que R^7 y/o R^8 forman una estructura de anillo condensado saturado y/o insaturado con el anillo A, y el anillo condensado tiene 7 miembros o más, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono primario o secundario, en concreto, un átomo de carbono de un grupo metilo o un átomo de carbono que forma un enlace de -CH₂-; en el caso de que el carbono en la posición α forme un doble enlace con un átomo en la posición β , el carbono en la posición α es carbono cuaternario; y se excluyen grupos en los que el carbono en la posición α forma un triple enlace con un átomo en la posición β , y
- 10 (v) un grupo en que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno y el número de carbonos es de 1 a 24, y que no contiene hidrógeno activo.
- 15 8. La composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5-7, en la que un punto de ebullición convencional del compuesto hidroxí aromático representado por la fórmula (7), la fórmula (8) o la fórmula (9) difiere en 10 °C o más del punto de ebullición convencional de un isocianato en el que todos los grupos amino de la amina orgánica están sustituidos con grupos isocianato.
- 20 9. Un método de producción de isocianato, que comprende: recuperar un isocianato y un compuesto hidroxí aromático que se forman transfiriendo la composición para transferir y almacenar un O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-3 a un recipiente de reacción de descomposición térmica, y sometiendo el éster del ácido carbámico N-sustituido a una reacción de descomposición térmica.
- 25 10. El método de producción de acuerdo con la reivindicación 9, en el que un líquido residual que contiene O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido sin reaccionar recuperado de la parte inferior del recipiente de reacción de descomposición térmica se transfiere de nuevo al recipiente de reacción de descomposición térmica, y el O-Ar éster del ácido carbámico N-sustituido se somete a una reacción de descomposición térmica.
- 30 11. El método de producción de acuerdo con la reivindicación 9, en el que el isocianato producido en el método de producción de acuerdo con la reivindicación 9 contiene de 1 a 1000 ppm del compuesto hidroxí aromático que compone la composición de hidroxí aromático basada en el isocianato.

FIG.1

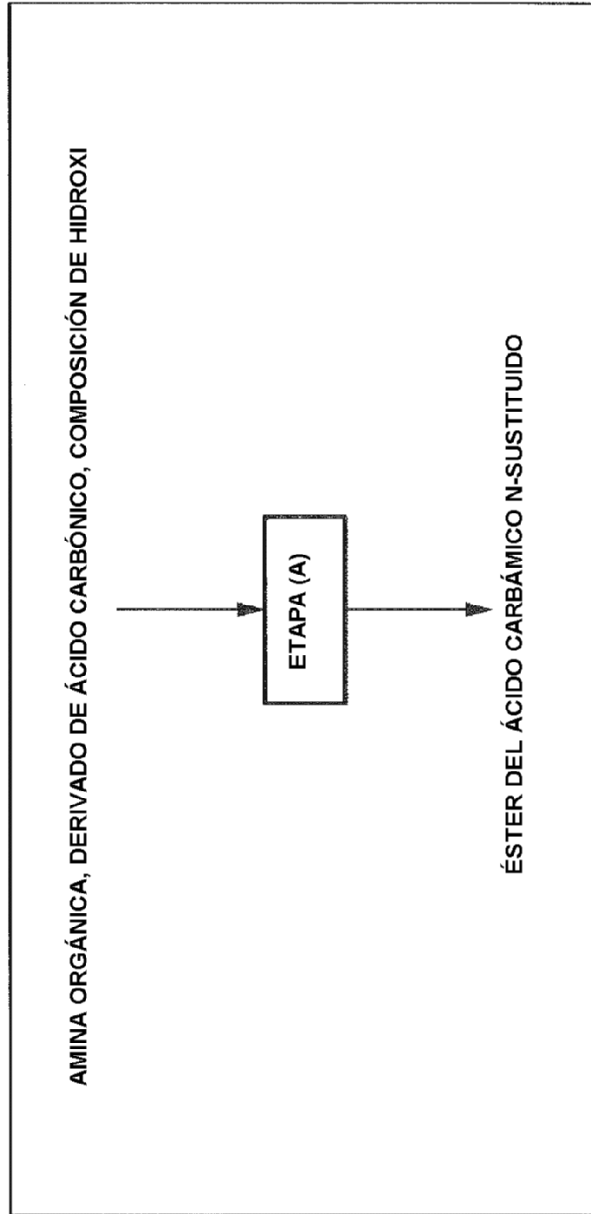


FIG.2

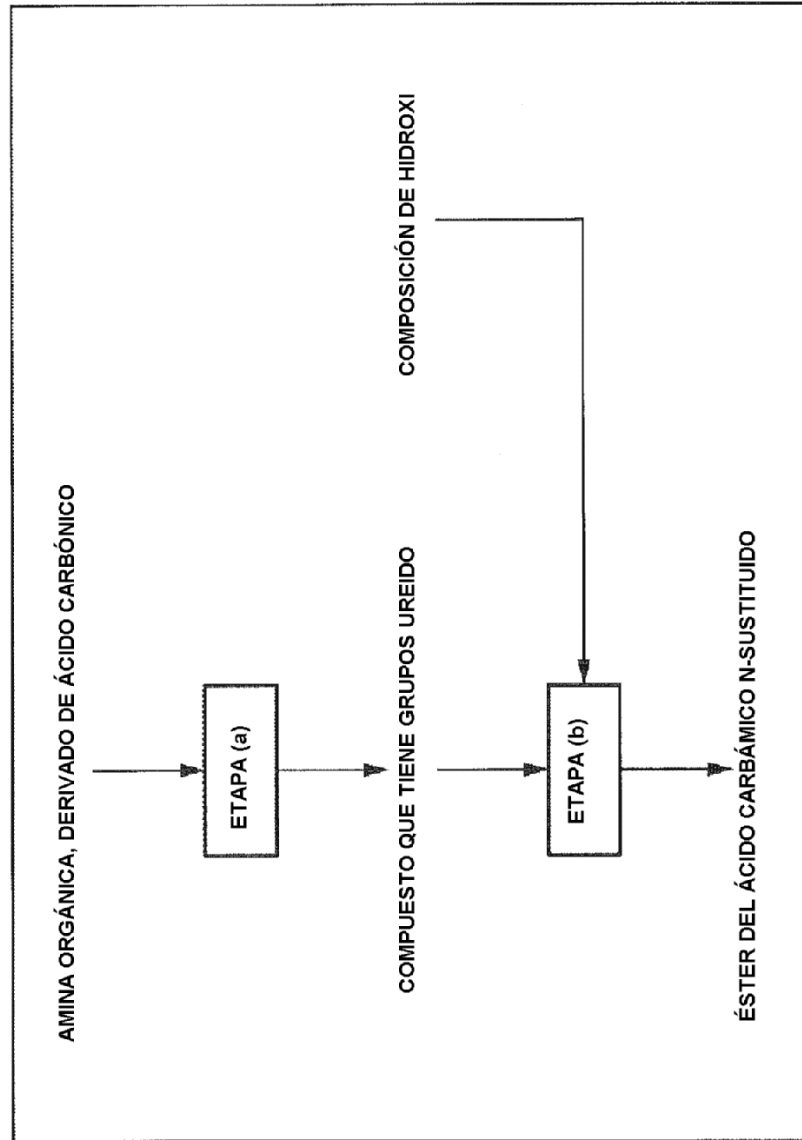


FIG.3

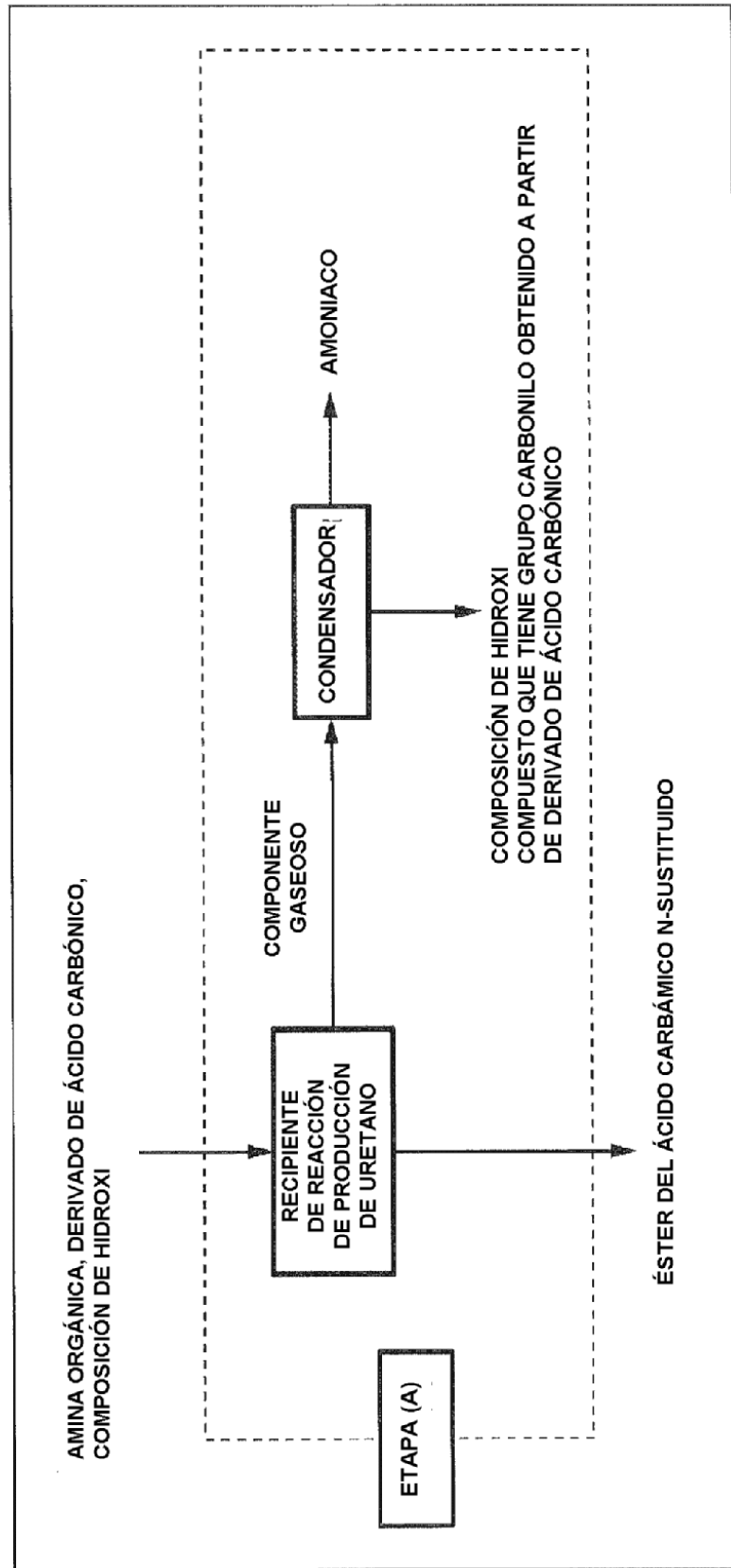


FIG.4

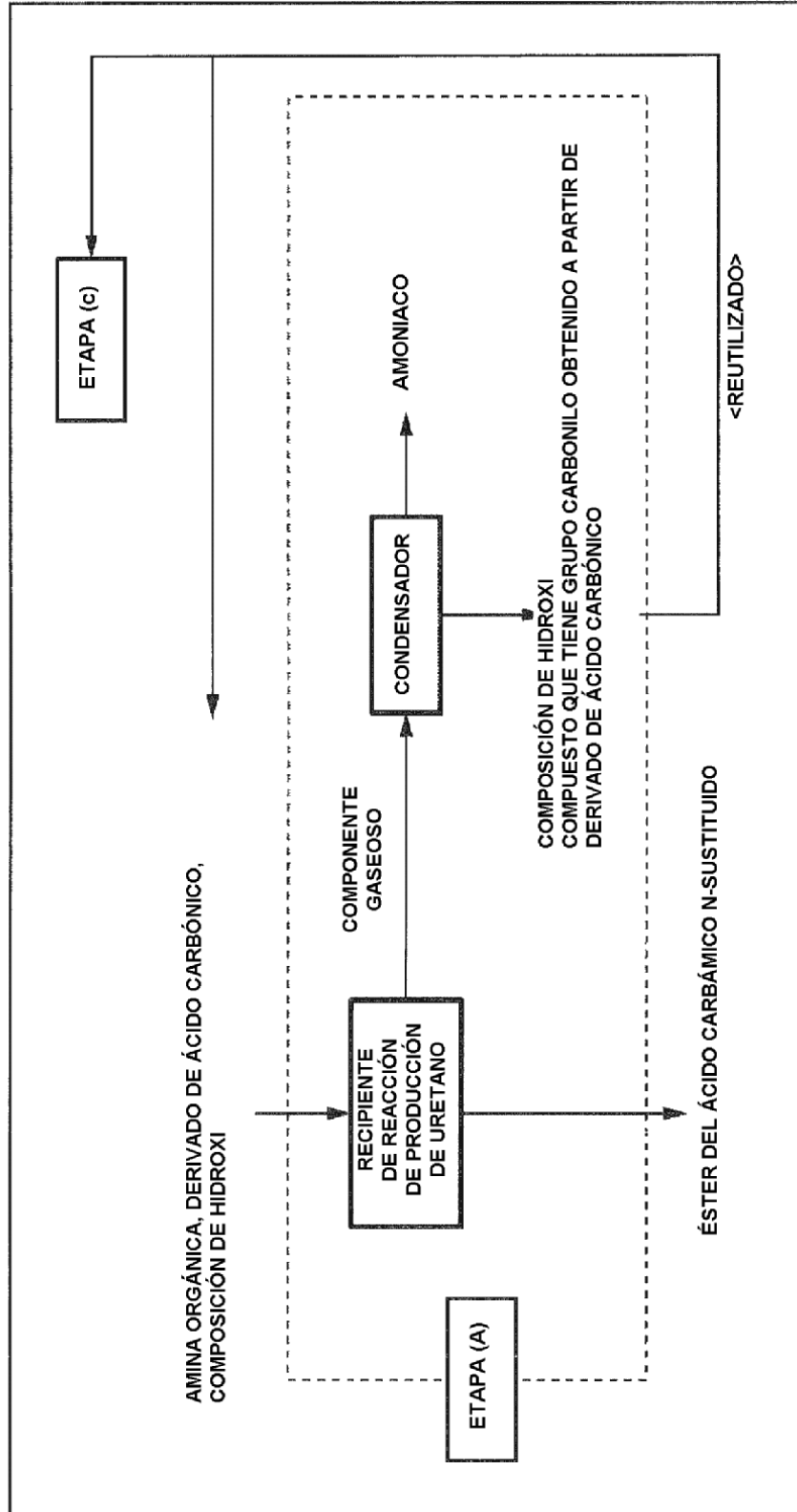


FIG.5

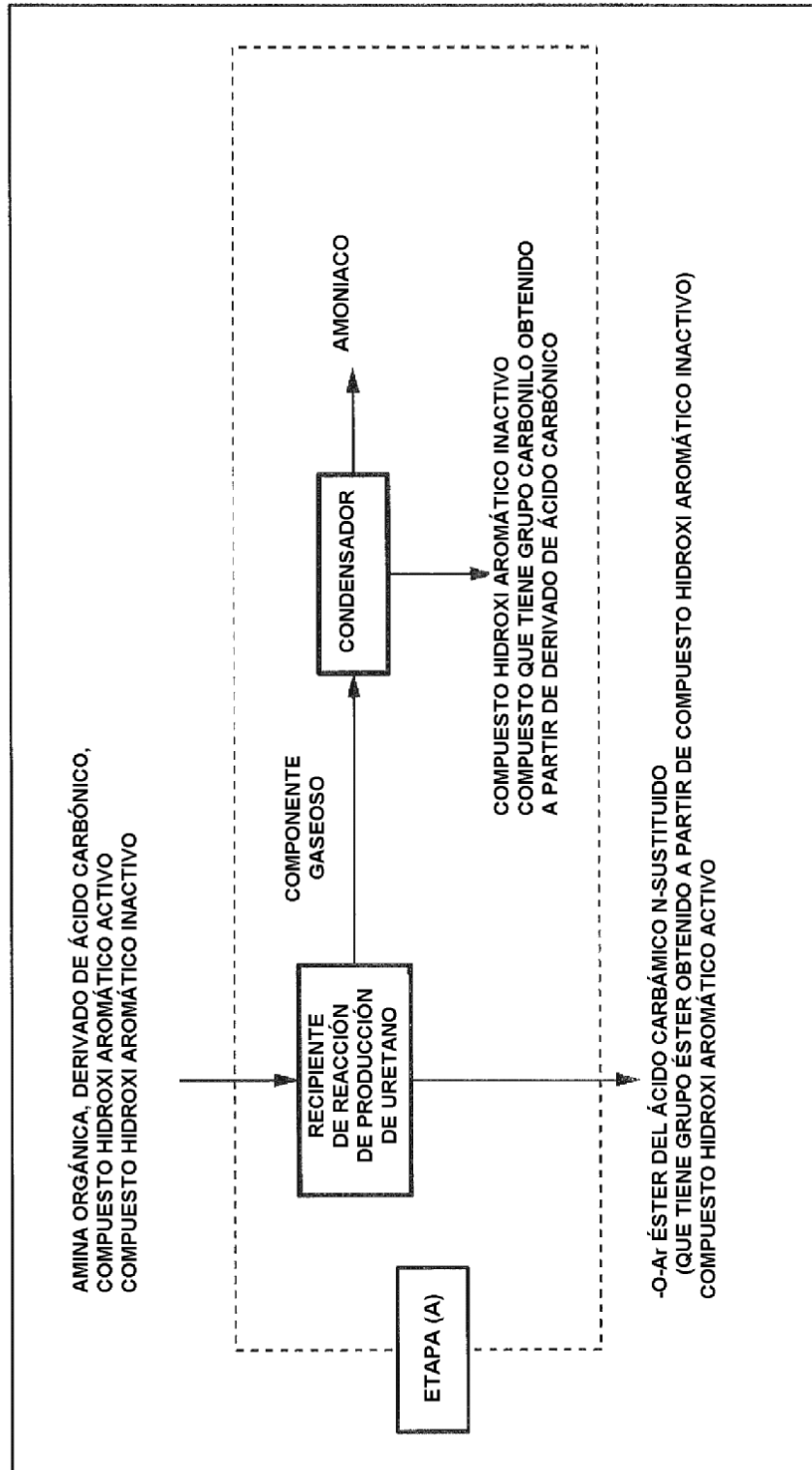


FIG.6

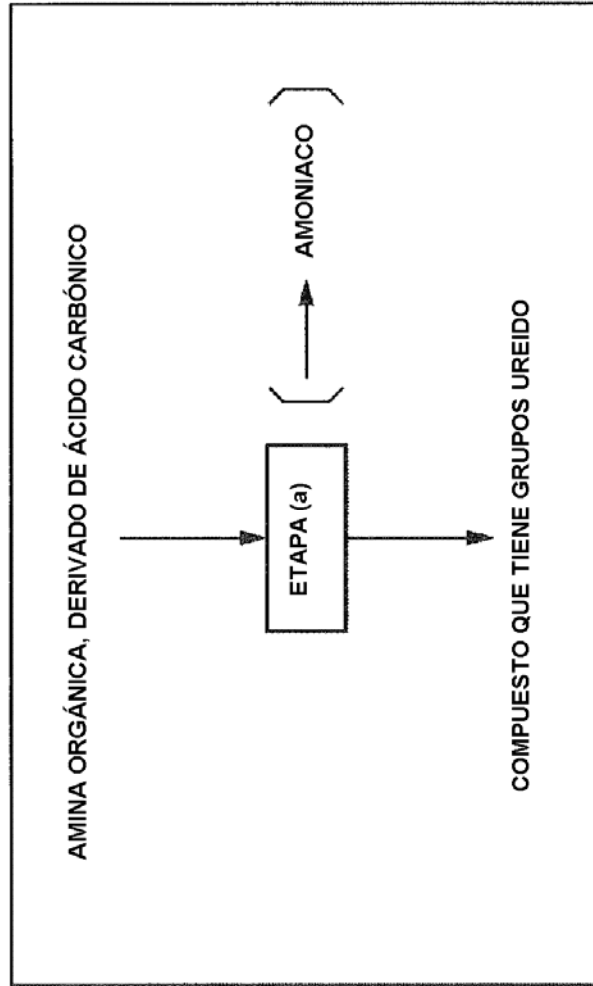


FIG.7

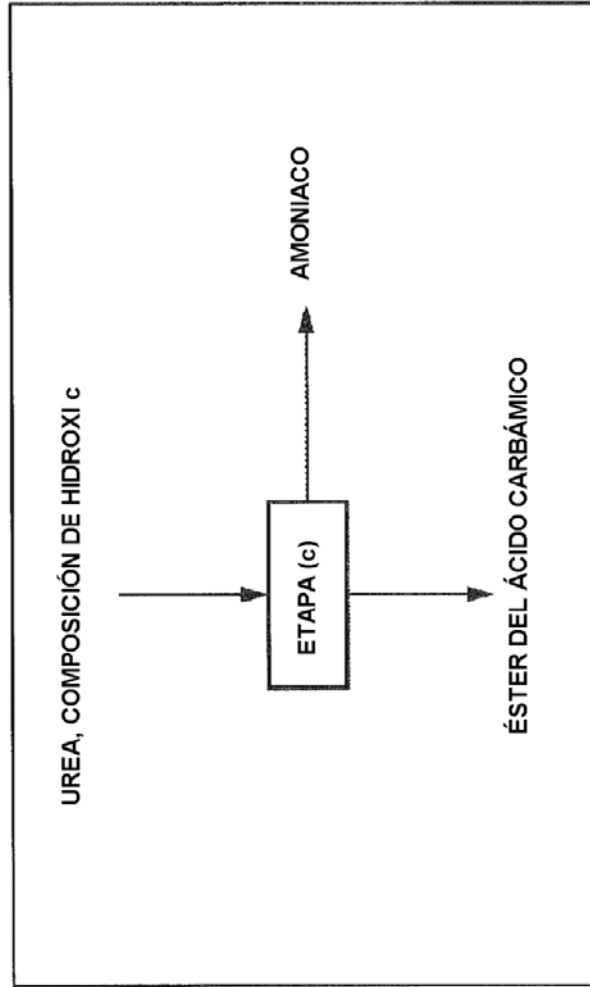


FIG.8

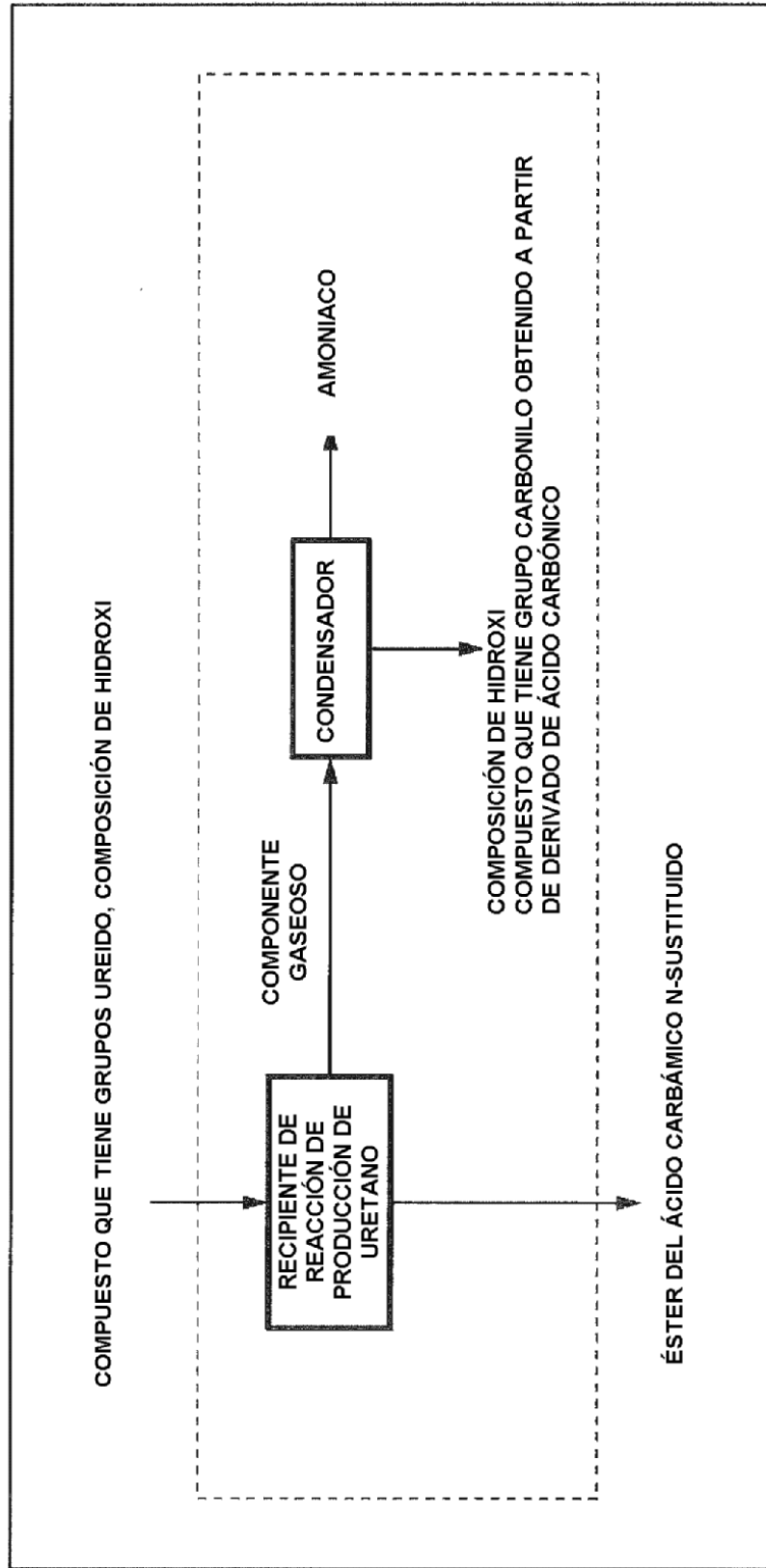


FIG.9

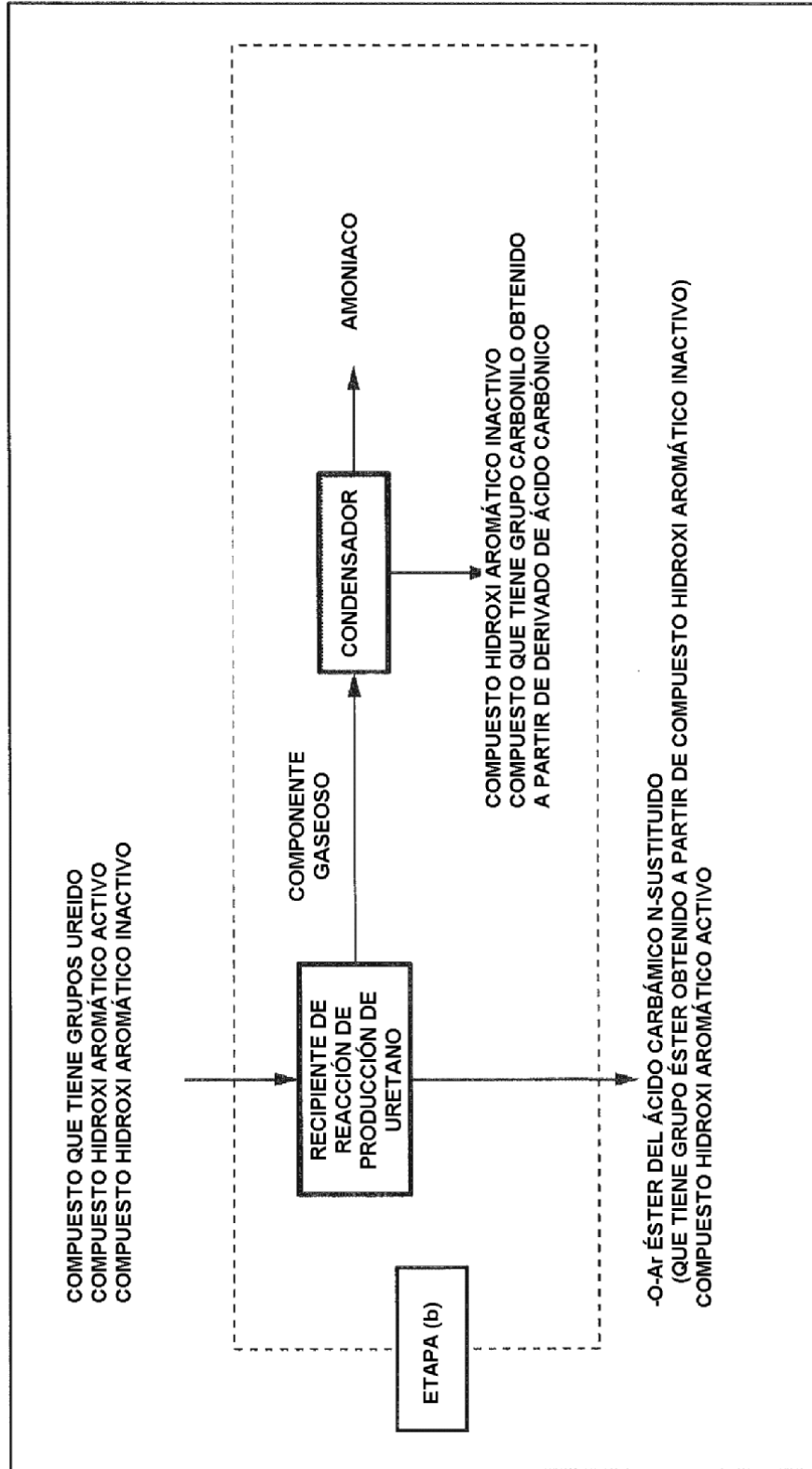


FIG.10

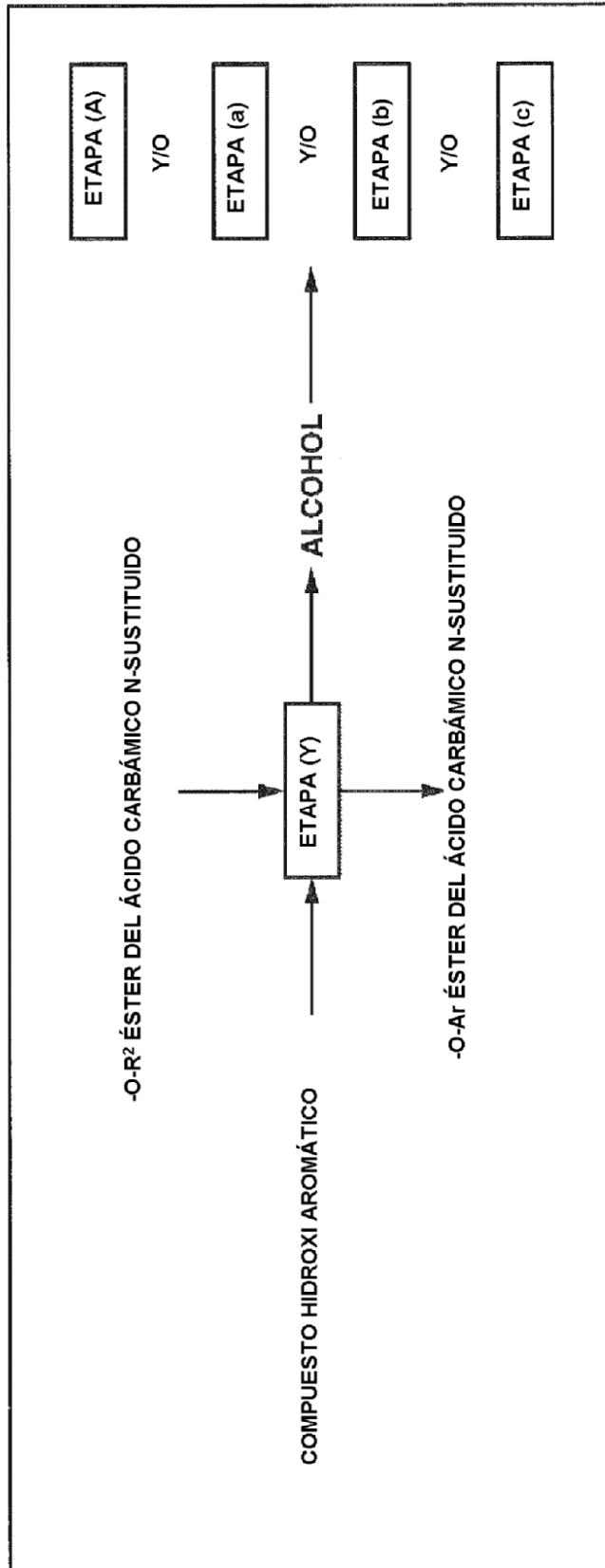


FIG.11

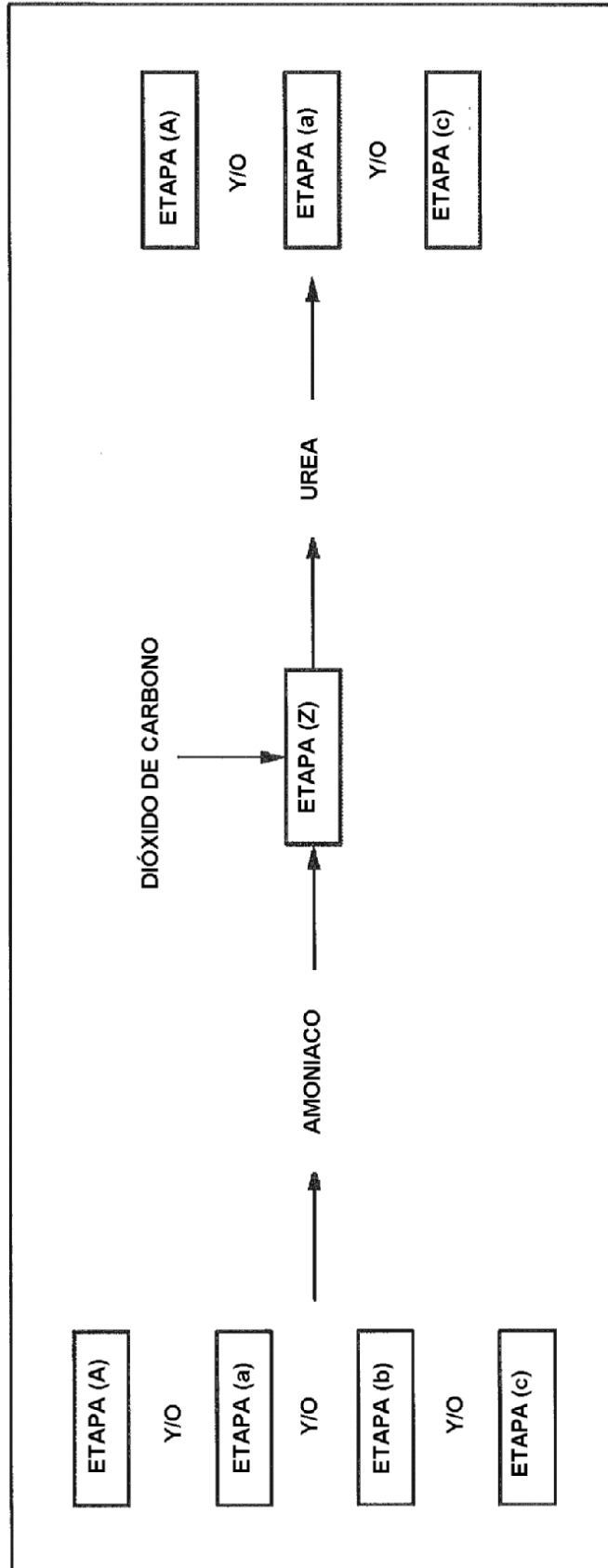


FIG.12

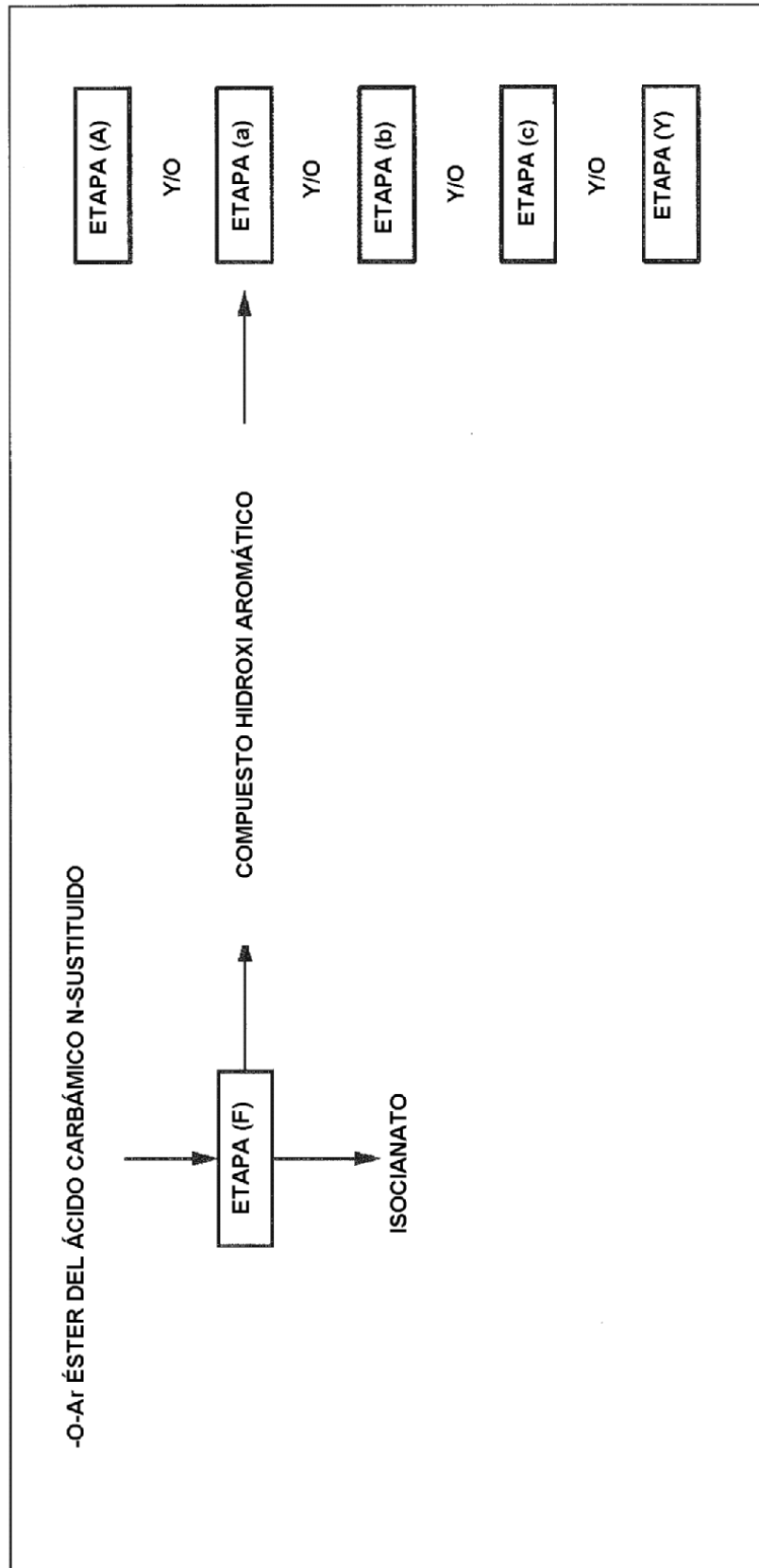


FIG.13

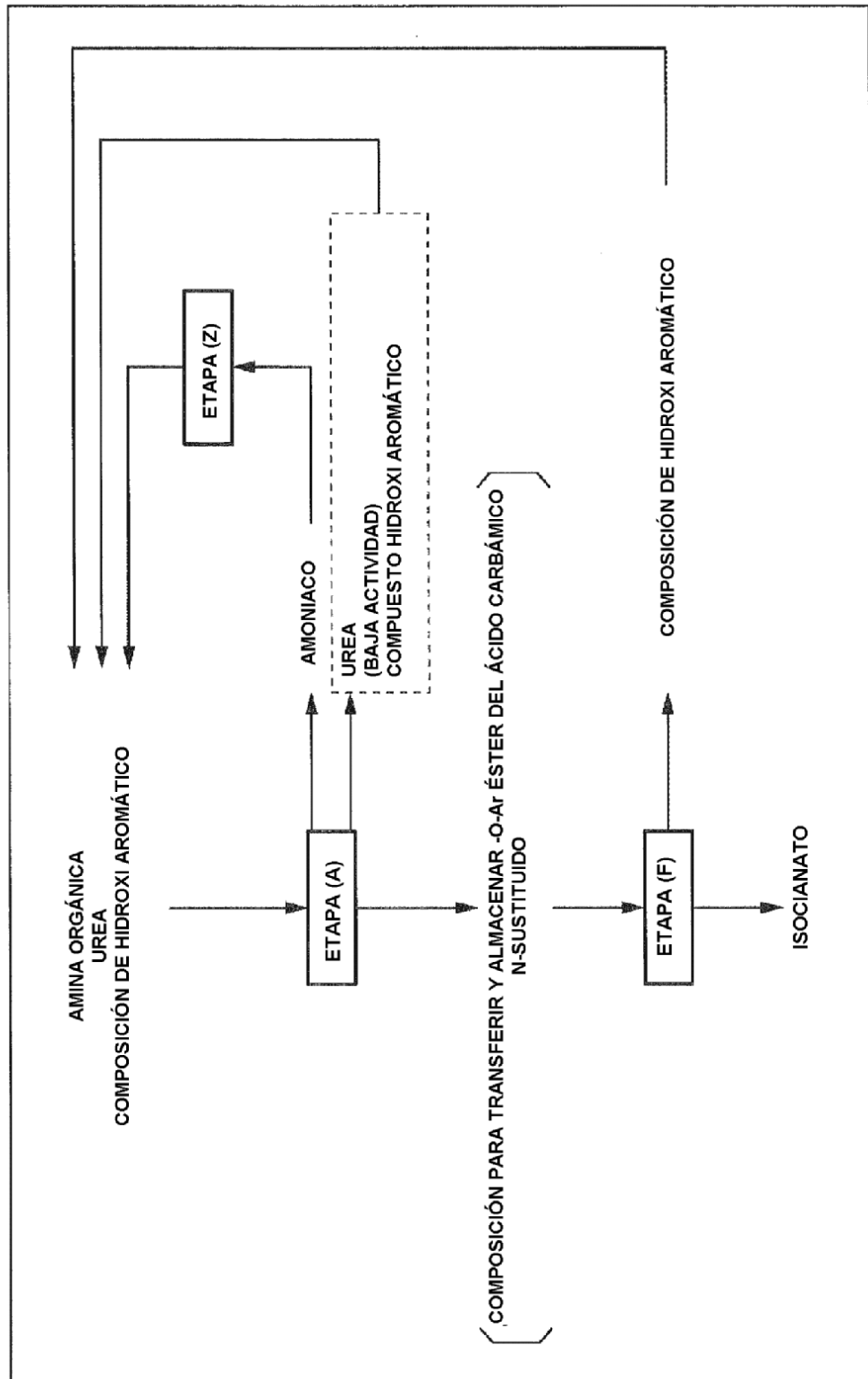


FIG.14

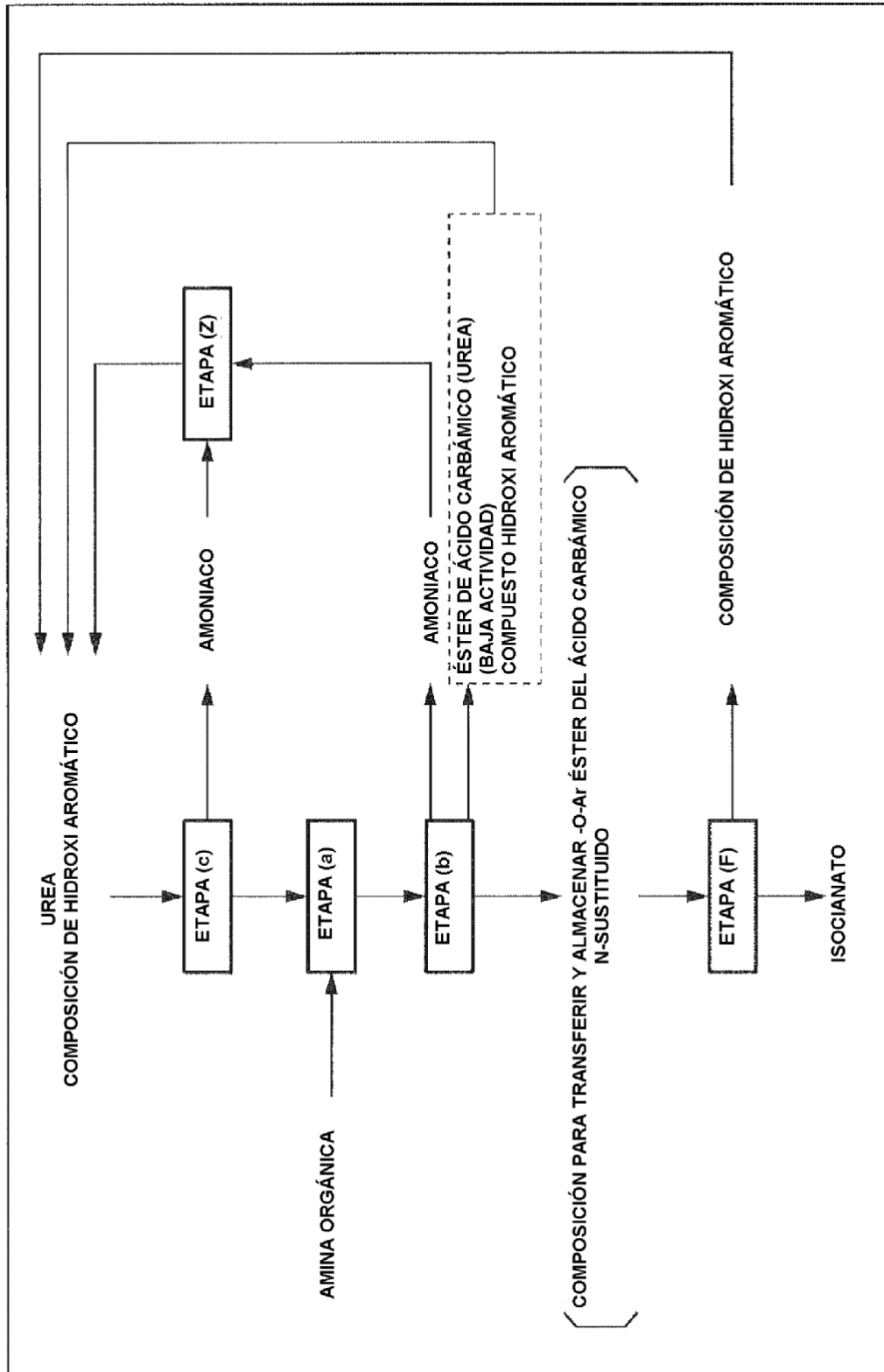


FIG.15

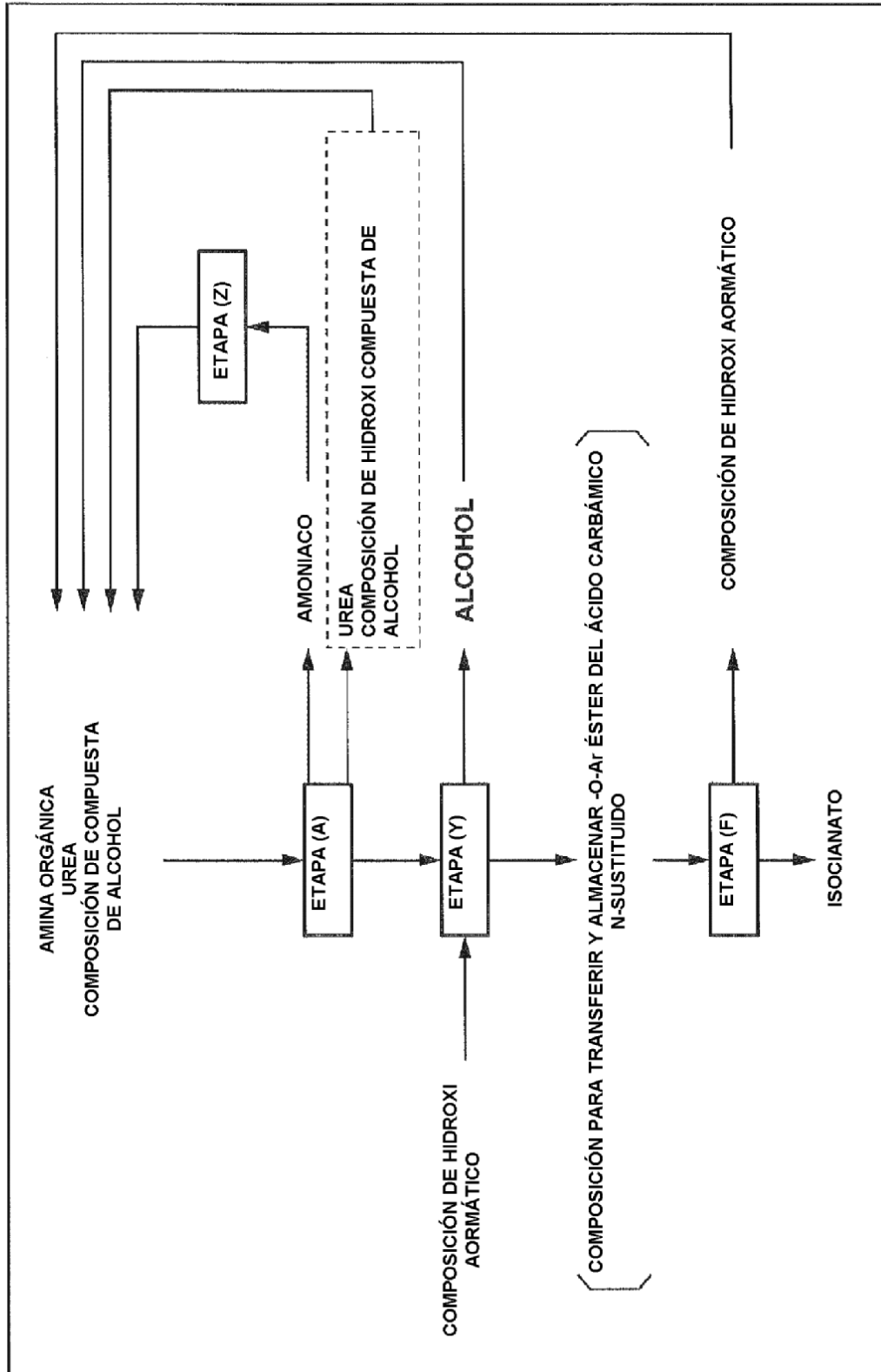


FIG.16

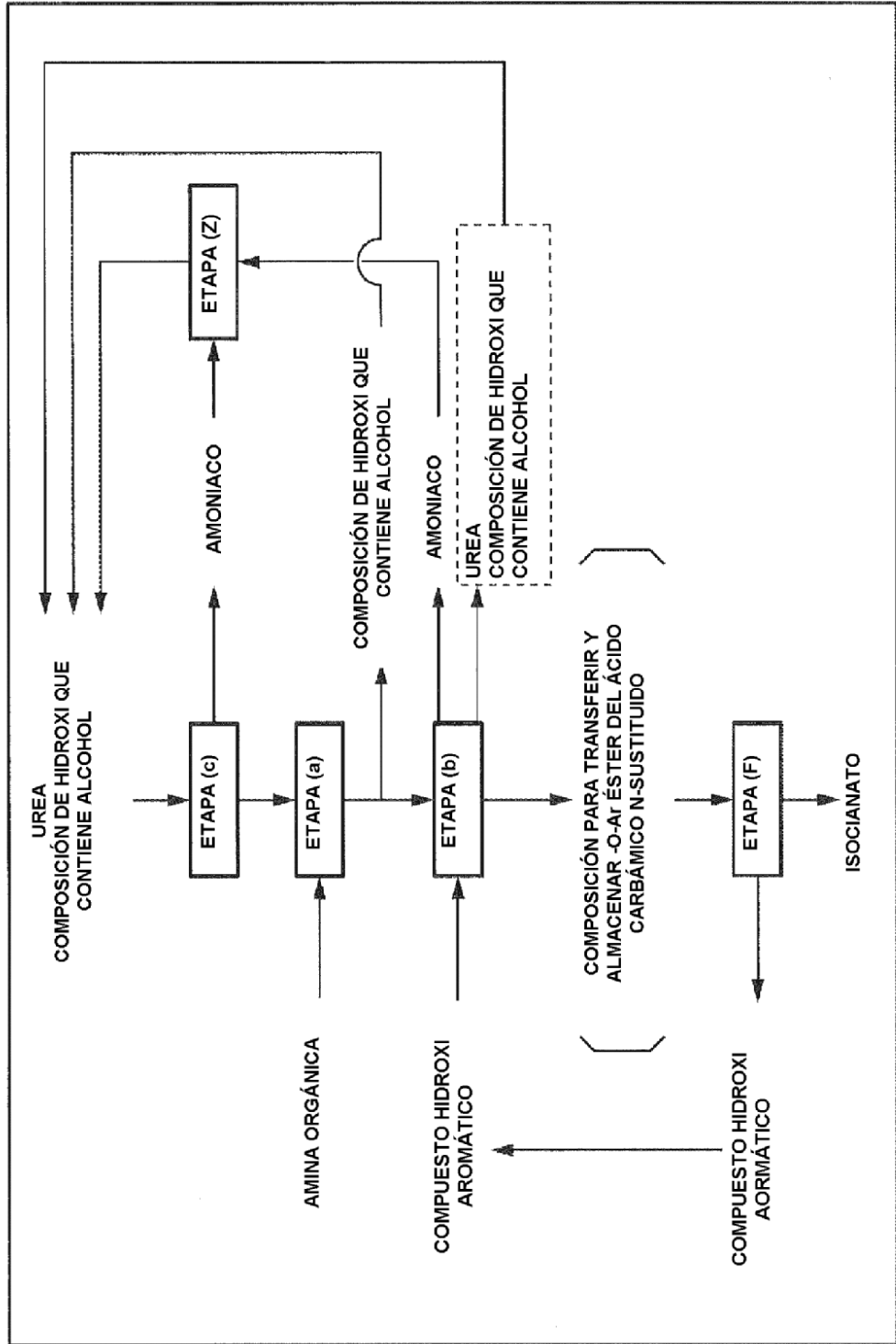


FIG.17

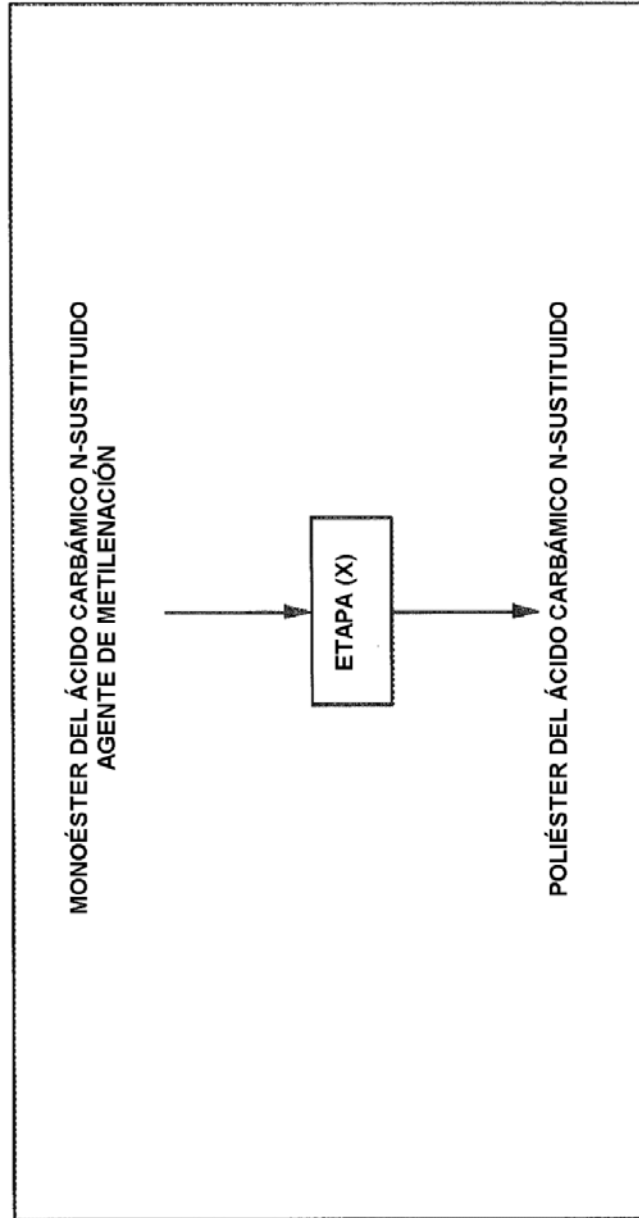


FIG.18

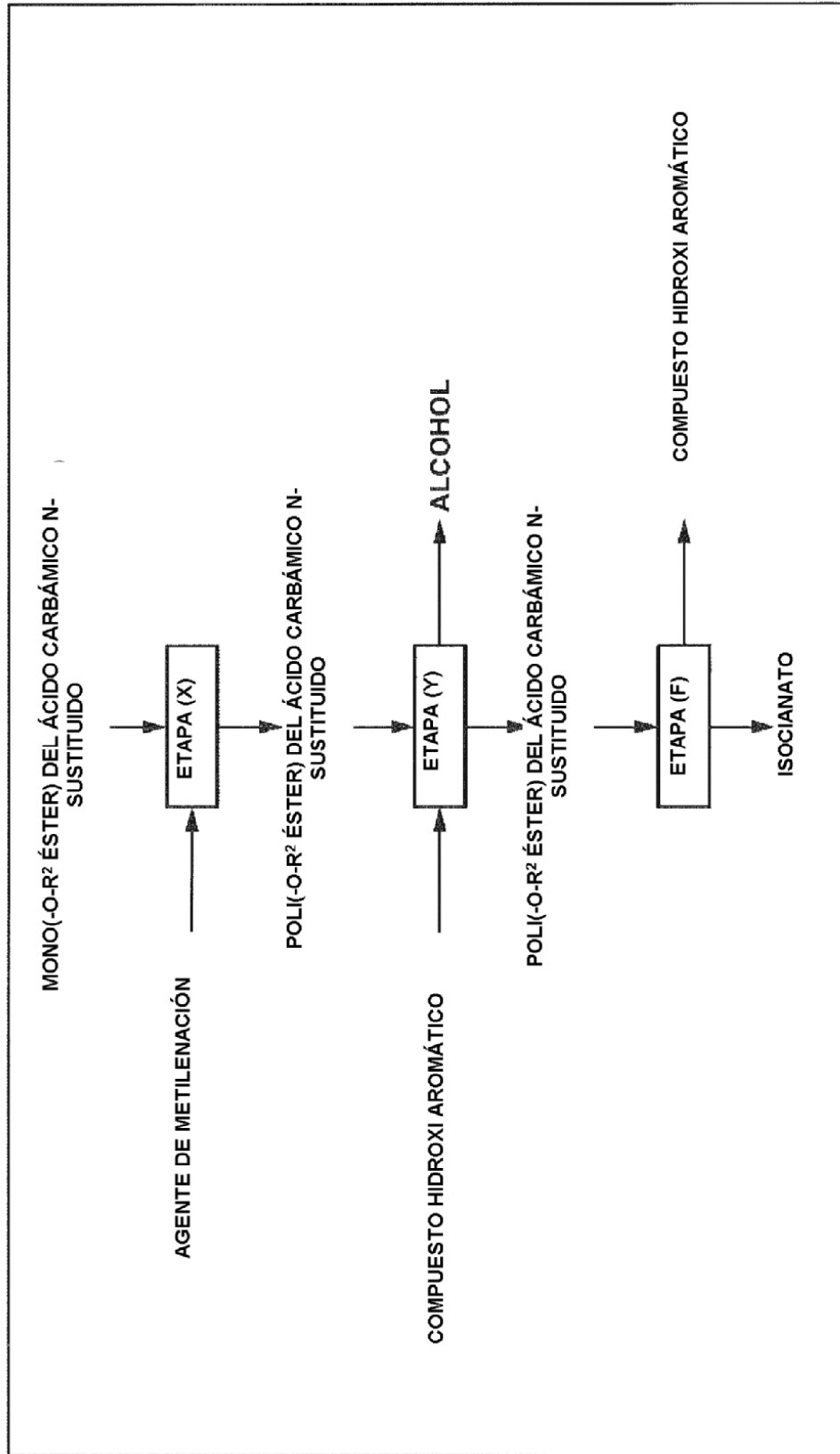


FIG.19

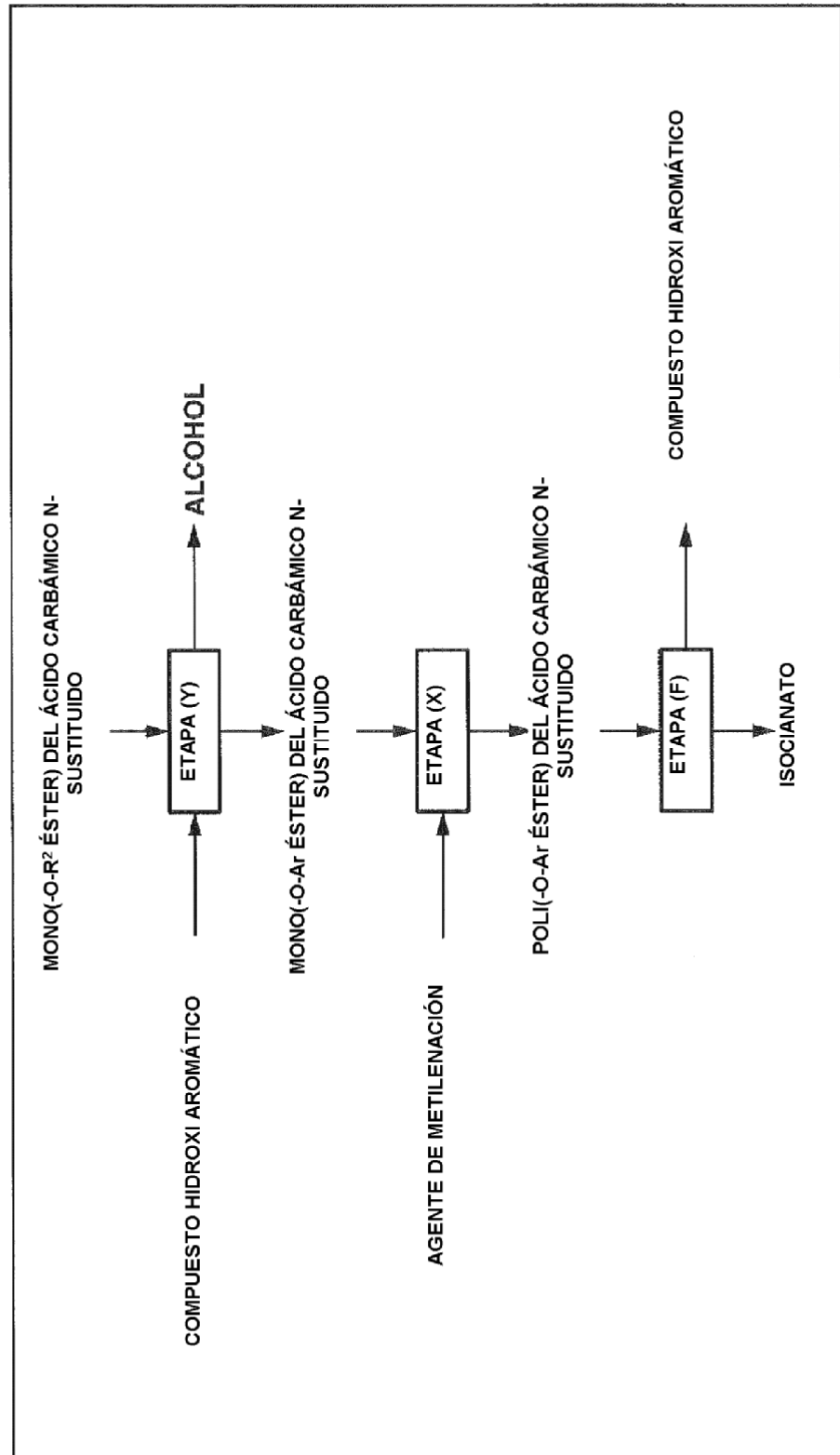


FIG.20

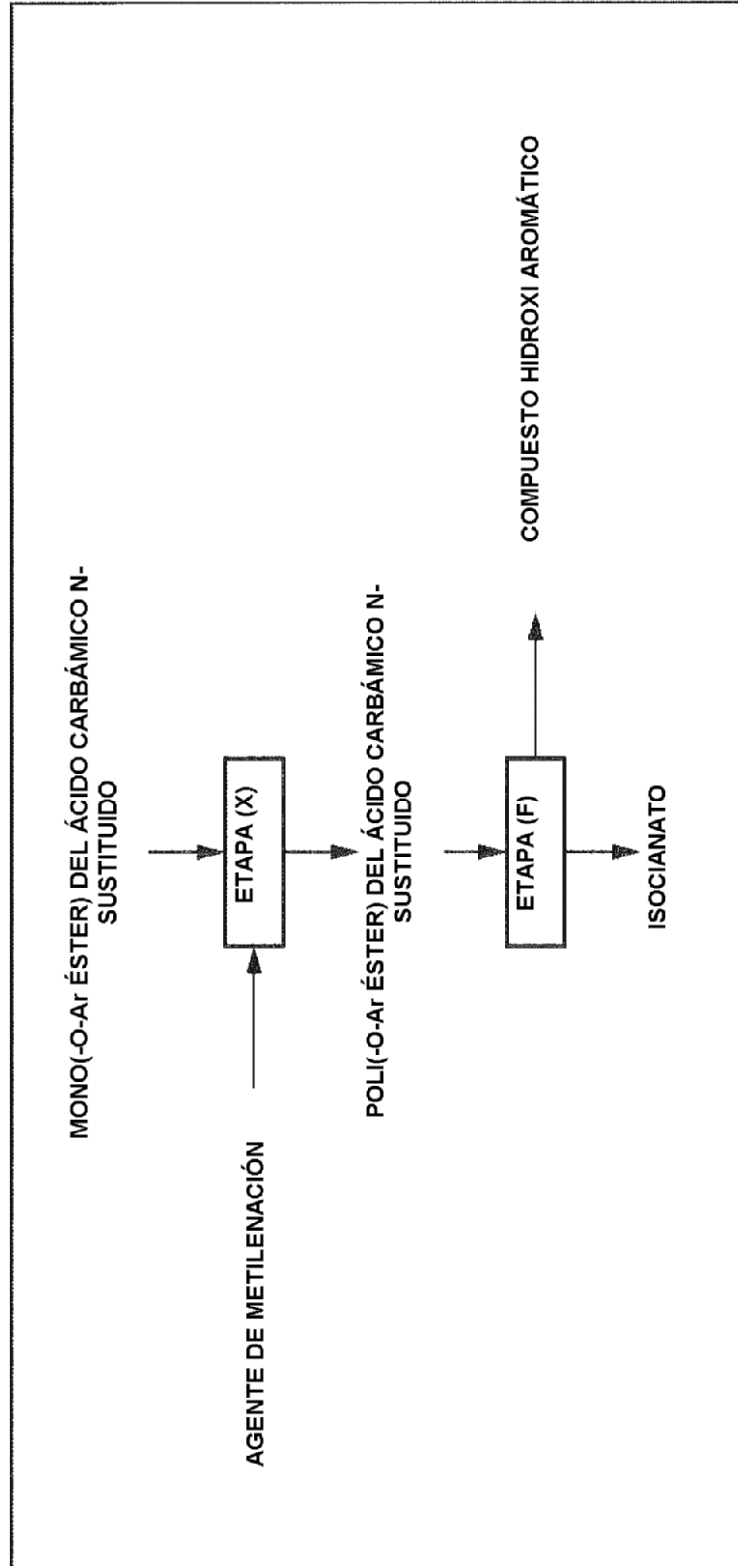


Fig. 21

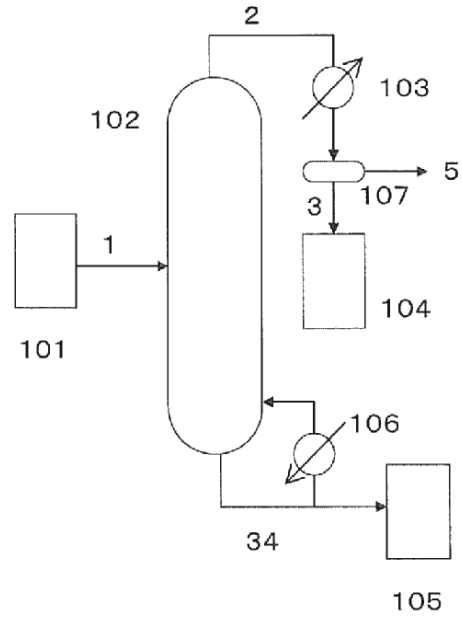


Fig. 22

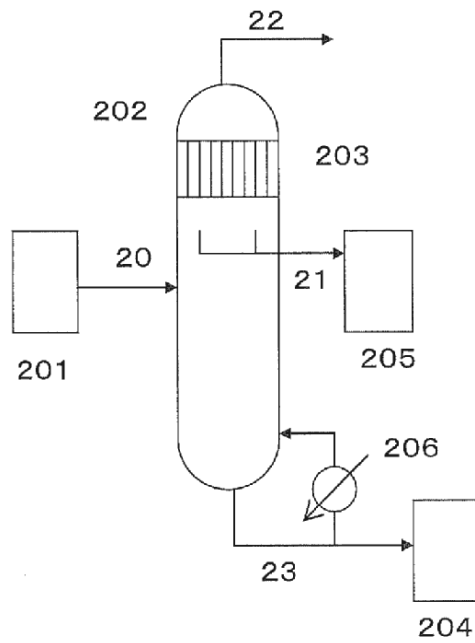


Fig. 23

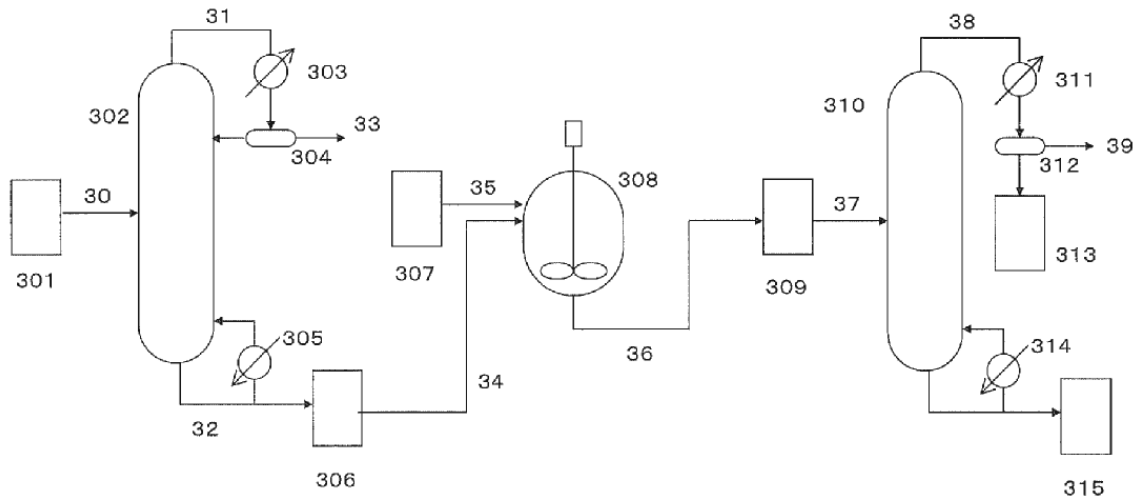


Fig. 24

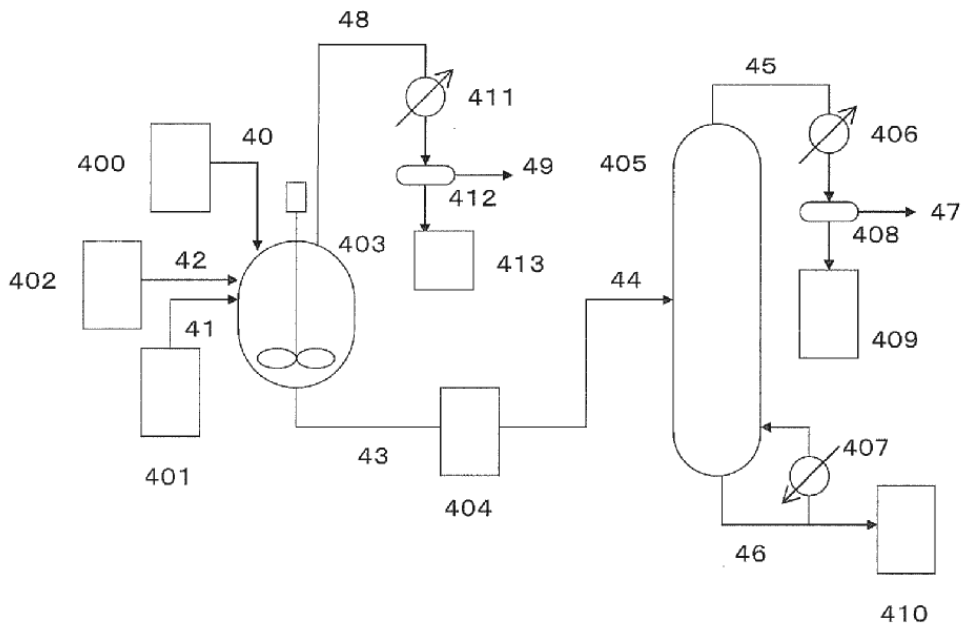


Fig. 25

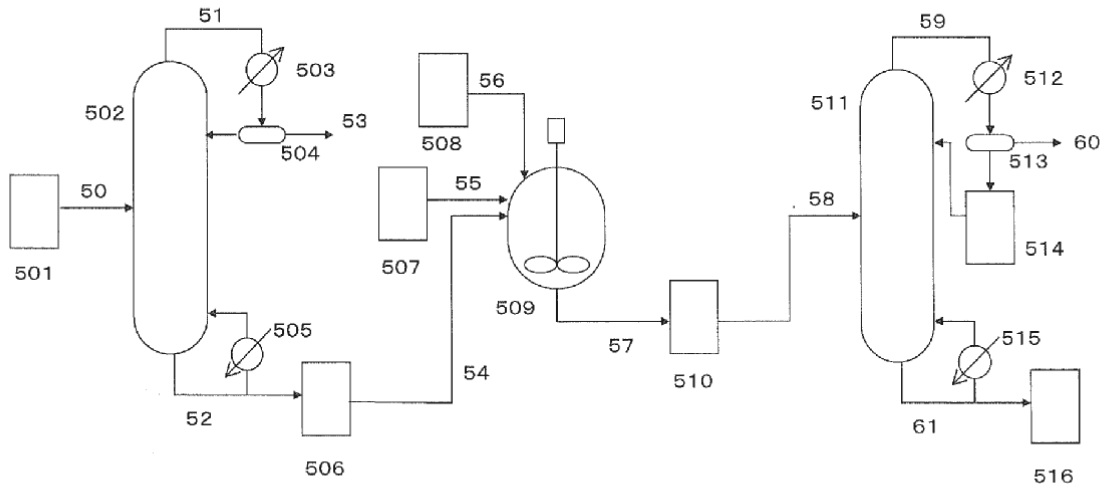


Fig. 26

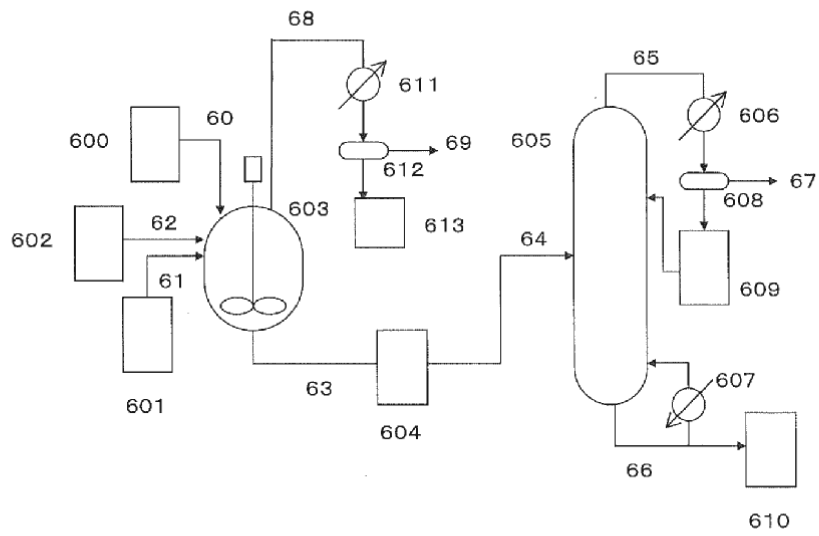


Fig. 27

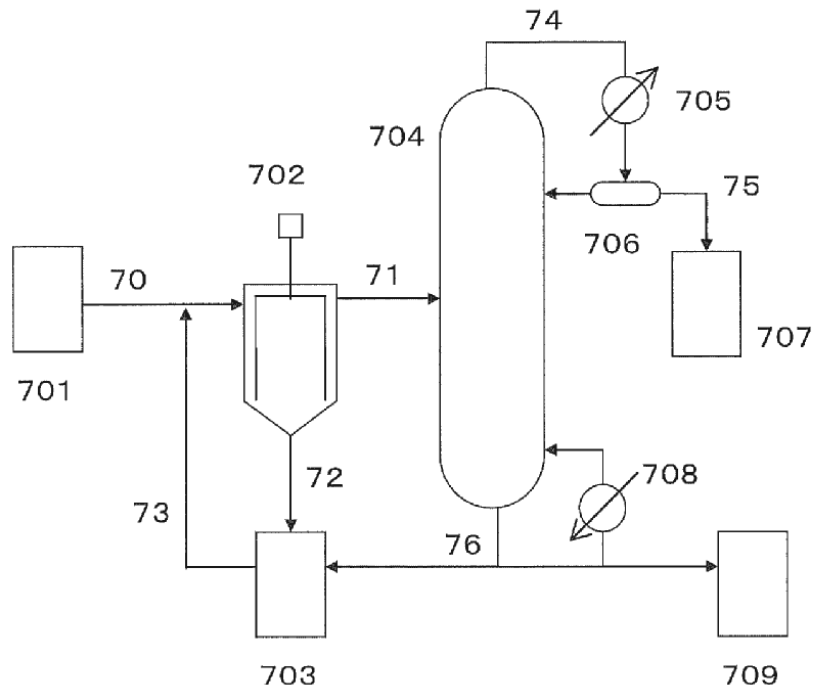


Fig. 28

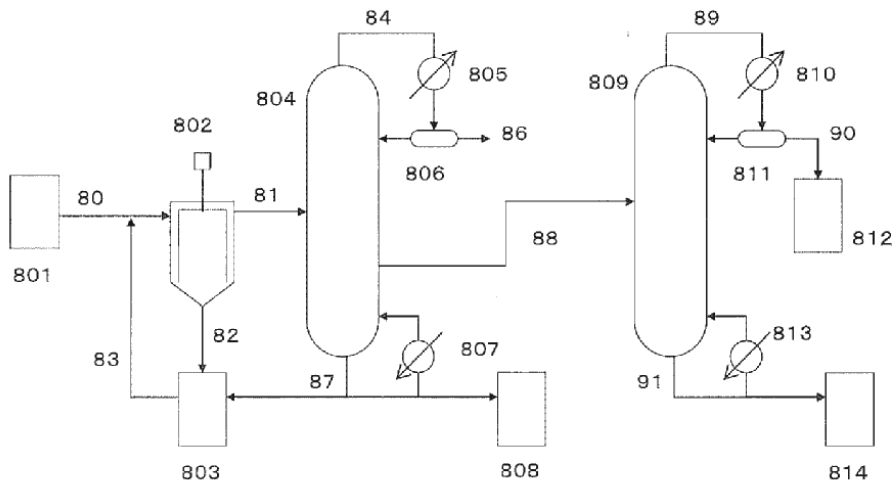


Fig. 29

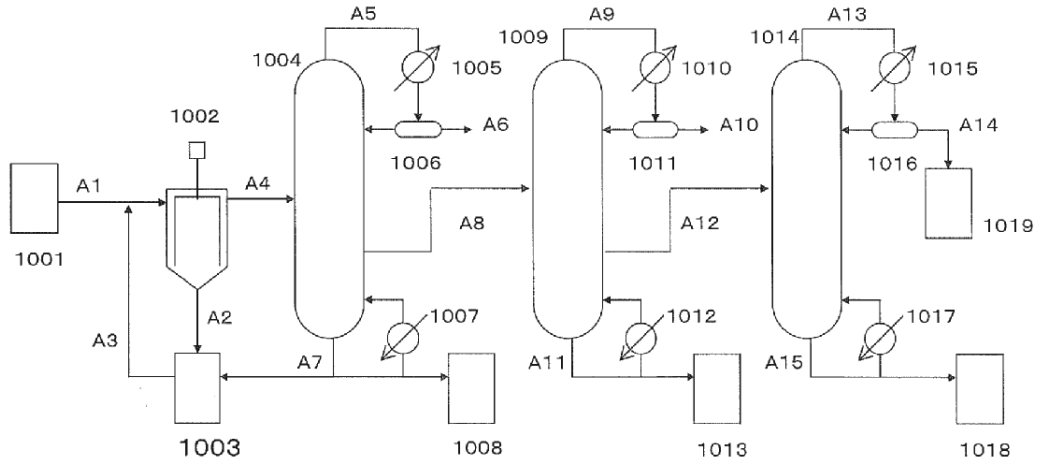


Fig. 30

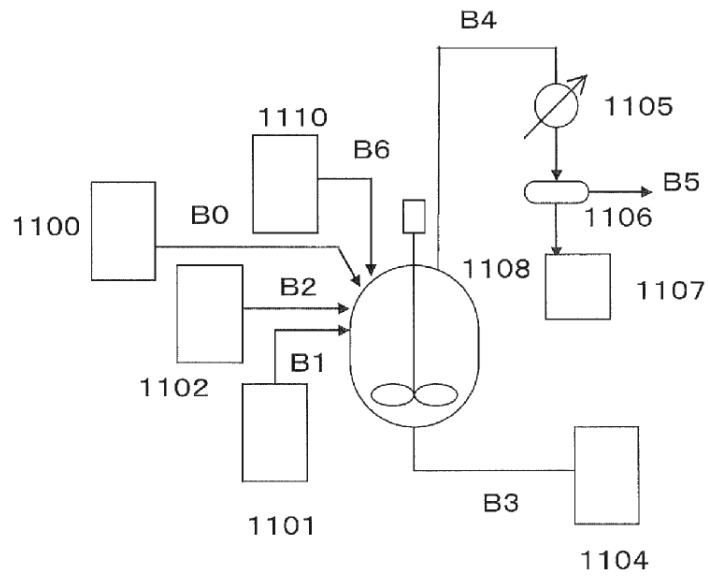


Fig. 31

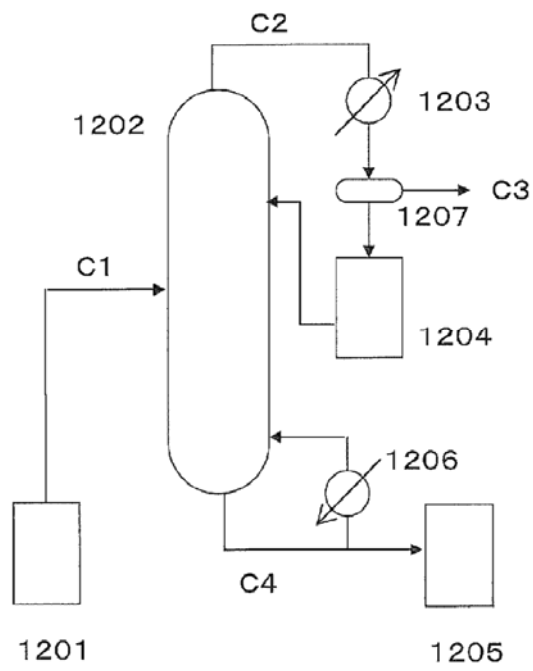


Fig. 32

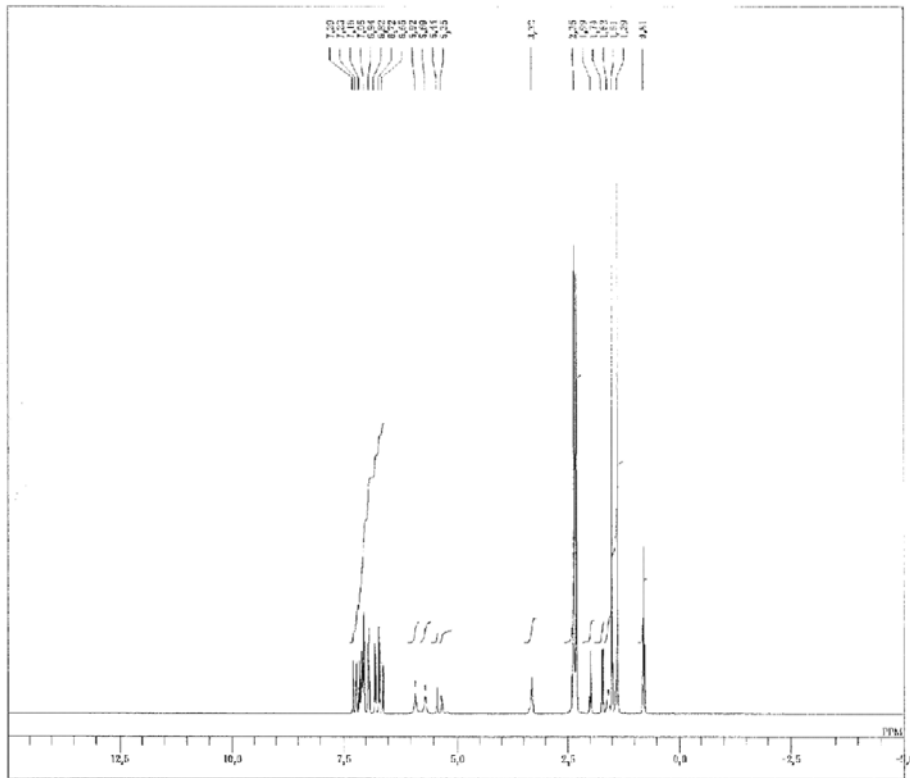


Fig. 33

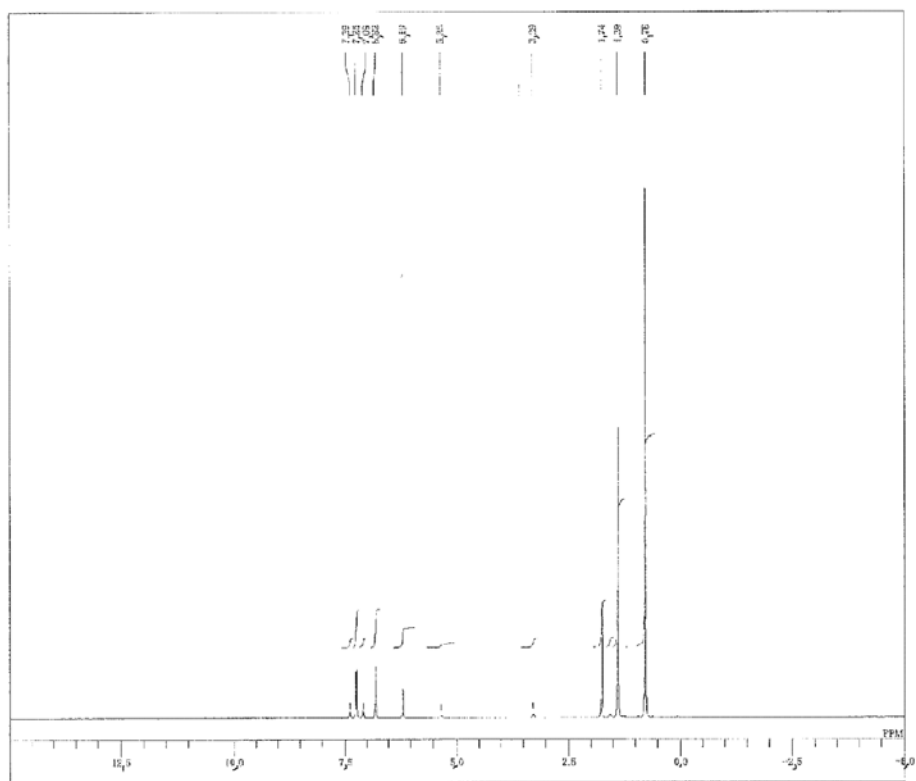


Fig. 34

