

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 726 527**

51 Int. Cl.:

C07C 269/04 (2006.01)
C07C 263/04 (2006.01)
C07C 265/14 (2006.01)
C07C 271/58 (2006.01)
C07C 269/06 (2006.01)
C07C 271/42 (2006.01)
C07C 271/56 (2006.01)
C07C 271/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.02.2012 PCT/JP2012/054148**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **30.08.2012 WO12115110**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.02.2012 E 12749951 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2019 EP 2679575**

54 Título: **Procedimiento para producir compuestos carbonilo**

30 Prioridad:

21.02.2011 JP 2011035184

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

07.10.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SHINOHATA, MASAOKI y
MIYAKE, NOBUHISA**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 726 527 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir compuestos carbonilo

5 Campo técnico

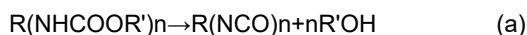
La presente invención se refiere a un método para producir un compuesto carbonilo, especialmente a un método para producir un éster de ácido carbámico N-sustituido y a un método para producir un isocianato utilizando el éster de ácido carbámico N-sustituido.

10

Antecedentes de la técnica

Es conocido desde hace mucho tiempo que un isocianato y un compuesto hidroxilo pueden obtenerse mediante la pirólisis de un éster de ácido carbámico N-sustituido. La reacción básica de la misma se representa mediante las fórmulas (a) y (b) a continuación:

15



20

en las que

R representa un residuo orgánico n-valente, R' representa un residuo orgánico monovalente y n representa un número entero igual a 1 o superior.

25 Hasta ahora se han llevado a cabo diversos estudios sobre un método para producir un éster de ácido carbámico N-sustituido que se utiliza como materia prima.

Por ejemplo, el documento de patente nº 1 describe un método que comprende hacer reaccionar una diamina primaria y alcohol con urea o un derivado de ácido carbónico en presencia de un catalizador para convertirlo en un éster de ácido carbámico N-sustituido. Además, el documento de patente nº 2 describe un método que comprende producir bis-urea a partir de una poliamina primaria alifática, urea y alcohol, seguido de la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido a partir de bis-urea. Además, el documento de patente nº 3 describe un método que comprende hacer reaccionar parcialmente urea con alcohol en una primera etapa y después suministrar una diamina al producto de reacción en una segunda etapa para producir un éster de ácido carbámico N-sustituido.

35

Lista de documentos de la técnica anterior

Documentos de patente

40 [Documento de patente nº 1] patente US nº 4713476
 [Documento de patente nº 2] solicitud de patente europea abierta a inspección pública 0568782
 [Documento de patente nº 3] solicitud de patente europea abierta a inspección pública 0657420

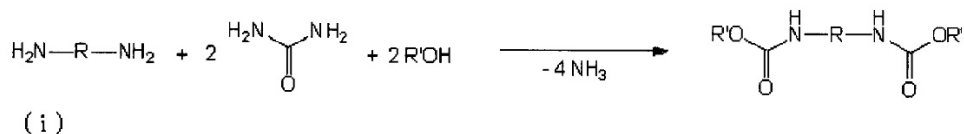
45 La patente US nº 4388238 A da a conocer un procedimiento para preparar uretanos N,O-disustituídos. Las aminas primarias y alcoholes se hacen reaccionar con compuestos orgánicos que presentan grupos carbonilo a una temperatura de entre 120°C y 350°C. Entre los compuestos que contienen carbonilo adecuados se incluyen uretanos N-no sustituidos, N-mono-sustituidos, ureas N,N'-disustituídas o pueden utilizarse poliureas en combinación con el uretano N-no sustituido.

50 Descripción resumida de la invención

Problemas que debe resolver la invención

55 La fórmula de reacción de un éster de ácido carbámico N-sustituido producido a partir de una amina primaria, urea y alcohol utilizados como materias primas, se representa mediante la fórmula (i) a continuación:

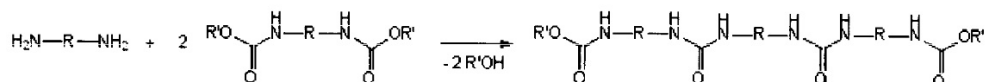
Reacción de estadio inicial



60 En la etapa inicial de la reacción, se encuentra presente una cantidad suficiente de urea con respecto a la amina primaria. Sin embargo, en la etapa tardía de la reacción, la concentración de ambas sustancias (la amina primaria y la

urea) se reduce y el éster de ácido carbámico N-sustituido se encuentra presente a una concentración elevada. La cationicidad del carbono del carbonilo en la urea o derivado de ácido carbónico es baja (ya que los electrones son donados por un grupo NH₂ o un grupo alcoxi). Además, la diferencia de reactividad entre el carbono del carbonilo del éster de ácido carbámico N-sustituido como producto y la amina primaria es pequeña. De acuerdo con lo anterior, a menos que se encuentre presente una cantidad en gran exceso de urea con respecto a la amina primaria, una reacción tal como se muestra en la fórmula (ii) a continuación avanzará en el estadio tardío de la reacción.

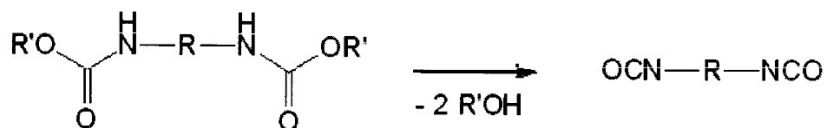
Reacción de estadio tardío: reacción con éster de ácido carbámico N-sustituido



(i i)

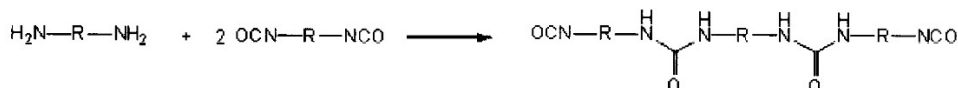
Específicamente, la amina primaria reacciona con el éster de ácido carbámico N-sustituido como producto, de manera que degenera hasta formar un compuesto no deseado que presenta un enlace urea N,N-disustituido. En el caso de que se utilice una poliamina, debido a que cada grupo amino reacciona sucesivamente, pueden producirse reacciones para generar diversos productos degenerados diferentes de los mostrados en la fórmula (ii) anterior. Entre los ejemplos de dichas reacciones se incluye una reacción de generación de un isocianato según la fórmula (iii) a continuación y una reacción del isocianato generado con urea según la fórmula (iv) a continuación. Se considera que, debido a que el éster de ácido carbámico N-sustituido se acumula y la concentración de la urea se reduce, dichas reacciones de generación de estos productos degenerados avanzan con extrema facilidad.

Reacción de estadio tardío: generación de isocianato



(i i i)

Reacción de estadio tardío: reacción con isocianato



(i v)

Naturalmente, basándose en los principios de la fórmula (ii), la fórmula (iii) y la fórmula (iv), también se generan productos de peso molecular elevado, que se polimerizan adicionalmente. Estos compuestos, cada uno de los cuales presenta un enlace urea N,N'-disustituido, que se generan como resultado de la degeneración, presentan baja reactividad y, de esta manera, resulta difícil de añadir nuevamente el alcohol disociado. Dicha reacción de nueva adición de alcohol puede producirse a una temperatura elevada. Sin embargo, en el intervalo de temperaturas, se inicia la generación de un isocianato como resultado de la pirólisis del éster de ácido carbámico N-sustituido y resulta en que causa una diversidad más amplia de reacciones secundarias.

Debido a que el producto de peso molecular elevado que se ha generado como resultado de la reacción anteriormente indicada presenta una solubilidad extremadamente baja en un solvente, existen muchos casos en los que se produce la adhesión del producto de peso molecular elevado al recipiente de reacción y la solidificación del producto de peso molecular elevado. De acuerdo con lo anterior, el método convencional de producción del éster de ácido carbámico N-sustituido no se considera un método industrialmente satisfactorio. Con el fin de superar dicho problema, se ha estudiado un método que comprende producir bis-urea a partir de una amina primaria, urea y alcohol, y después hacer reaccionar la bis-urea con alcohol para producir un éster de ácido carbámico N-sustituido que se describe en el documento de patente n° 2. Sin embargo, dicho método todavía no ha superado el problema anteriormente indicado que ocurre durante la producción del éster de ácido carbámico N-sustituido.

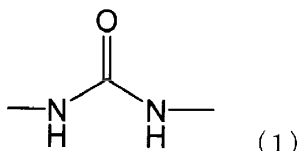
Medios para resolver los problemas

Por lo tanto, como resultado de estudios intensivos dirigidos a superar el problema anteriormente mencionado, los presentes inventores han encontrado que el problema anteriormente descrito puede superarse mediante un método para producir un compuesto carbonilo, que comprende hacer reaccionar un compuesto específico que presenta un enlace urea con un derivado de ácido carbónico bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea del compuesto específico. Además, los inventores también han encontrado que el problema anteriormente indicado puede superarse mediante un método para producir un éster de ácido carbámico N-sustituido a partir de una amina primaria orgánica, un compuesto hidroxilo y un derivado de ácido carbónico utilizados

como materias primas, que comprende hacer reaccionar un compuesto específico que presenta un enlace urea con un derivado de ácido carbónico bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea del compuesto específico, completando de esta manera la presente invención.

5 Específicamente, la presente invención es tal como sigue:

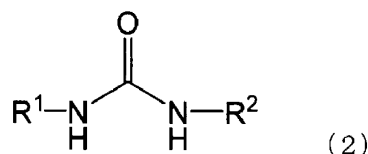
[1] un método para producir un compuesto carbonilo, que comprende una etapa (X) de hacer reaccionar un compuesto que presenta un enlace urea representado mediante la fórmula (1) tal como se muestra a continuación con un derivado de ácido carbónico que presenta un grupo carbonilo (-C(=O)-) bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea con el fin de obtener el compuesto carbonilo:



15 en el que el compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1) es:

(i) un compuesto representado por una fórmula (2) tal como se muestra a continuación, que se produce a partir de ingredientes de materia prima que comprenden una amina primaria orgánica y un derivado de ácido carbónico:

20



en la que
R¹ y R², cada uno independientemente, representa un grupo orgánico que comprende un grupo derivado de la amina primaria orgánica, o
(ii) un copolímero de poliuretano-urea,

25

en el que el derivado de ácido carbónico es urea, un éster de ácido carbámico N-sustituido N-no sustituido o un éster de ácido carbónico, y
en el que el compuesto carbonilo es un éster de ácido carbámico N-sustituido, en el que la etapa (X) se lleva a cabo en coexistencia de un compuesto hidroxilo,
en el que la etapa (X) se lleva a cabo en una columna de destilación que comprende un puerto de suministro A, un puerto de suministro B y un puerto de descarga C;
la etapa (X) comprende las etapas de:

35

suministrar ingredientes de materia prima que contienen el compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1), o ingredientes de materia prima que contienen un precursor del compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1), a la columna de destilación mediante por lo menos un puerto de suministro A,
suministrar el derivado de ácido carbónico a la columna de destilación mediante por lo menos un puerto de suministro B, y
recuperar una mezcla generada que comprende un compuesto carbonilo mediante por lo menos un puerto de descarga C dispuesto en una parte inferior de la columna de destilación, y
el por lo menos un puerto de suministro B está dispuesto en una posición igual o inferior a la del puerto de suministro A; el por lo menos un puerto de descarga C está dispuesto en una posición igual o inferior a la del puerto de suministro B, y la temperatura de la columna de destilación a la altura del puerto de suministro B es igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea en el compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1);
en la que los ingredientes de materia prima que deben suministrarse mediante el puerto de suministro A se indican mediante una combinación (i) o (ii) indicada posteriormente, y
la mezcla que debe recuperarse mediante el puerto de descarga C comprende un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilo:

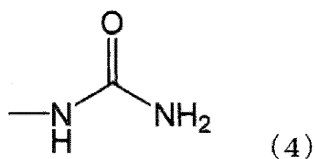
40

45

50

combinación (i): una amina primaria orgánica, urea y un compuesto hidroxilo, o
combinación (ii): un compuesto hidroxilo y un compuesto que presenta un grupo ureido representado por la fórmula (4) a continuación:

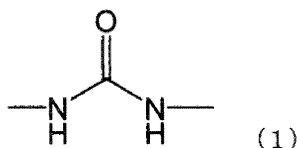
55



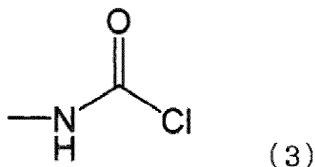
o en la que:

- 5 los ingredientes de materia prima que deben suministrarse mediante el puerto de suministro A se indican mediante la combinación (iii): una amina primaria orgánica, un éster de ácido carbónico y un compuesto hidroxilo, y
 la mezcla que debe recuperarse mediante el puerto de descarga C comprende un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilo,
 10 o en la que,
 los ingredientes de materia prima que debe suministrarse mediante el puerto de suministro A se indican mediante la combinación (iv): un copolímero de poliuretano-urea y un compuesto hidroxilo, y la mezcla que debe recuperarse mediante el puerto de descarga C comprende un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilo.

15 [2] Un método para producir un compuesto carbonilo, que comprende la etapa (X) de hacer reaccionar un compuesto que presenta un enlace urea representado por la fórmula (1) tal como se muestra posteriormente, con un derivado de ácido carbónico que presenta un grupo carbonilo (-C(=O)-) bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea representado por la fórmula (1) con el fin
 20 de obtener el compuesto carbonilo:



25 en la que el compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1) es un compuesto producido a partir de una amina primaria orgánica y un fosgeno, en la que el derivado de ácido carbónico es un fosgeno, y en la que el compuesto carbonilo es un compuesto que presenta un grupo representado por la fórmula (3) a continuación:



30 en la que la etapa (X) se lleva a cabo en la coexistencia de un compuesto hidroxilo;
 en la que la etapa (X) se lleva a cabo en una columna de destilación que comprende un puerto de suministro A, un puerto de suministro B y un puerto de descarga C;
 la etapa (X) comprende las etapas de:

- 35 suministrar ingredientes de materia prima que contienen el compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1), o ingredientes de materia prima que contienen un precursor del compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1), a la columna de destilación mediante por lo menos un puerto de suministro A,
 suministrar el derivado de ácido carbónico a la columna de destilación mediante por lo menos un puerto de suministro B, y
 40 recuperar una mezcla generada que comprende un compuesto carbonilo mediante por lo menos un puerto de descarga C dispuesto en una parte inferior de la columna de destilación, y
 el por lo menos un puerto de suministro B está dispuesto en una posición igual o inferior a la del puerto de suministro A,
 el por lo menos un puerto de descarga C está dispuesto en una posición igual o inferior a la del puerto de suministro B, y la temperatura de la columna de destilación a la altura del puerto de suministro B es igual
 45 o inferior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea en el compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1).

50 [3] Un método para producir un isocianato, que comprende la etapa de someter un compuesto carbonilo obtenido mediante el método de producción según [1] o [2] anteriormente, a una reacción pirolítica para producir el isocianato.

[4] El método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de [1] o [2] anteriormente, en el que se suministra adicionalmente un compuesto hidroxilo a la columna de destilación mediante el puerto de suministro B.

[5] El método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de [1], [2] o [4], anteriormente, en el que:

5 la columna de destilación comprende una pluralidad de puertos de suministro B, y se suministra una mezcla de un derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxilo a la columna de destilación mediante la pluralidad de puertos de suministro B.

[6] El método para producir el compuesto carbonilo según [1], anteriormente, en el que:

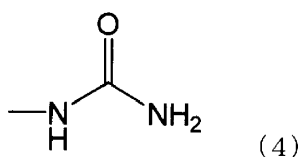
10 la columna de destilación comprende además un condensador, el método comprende además una etapa de condensación de una porción de gas descargada del tope de la columna de destilación utilizando el condensador para obtener un condensado, un compuesto hidroxilo se suministra adicionalmente a la columna de destilación mediante el puerto de suministro A y/o el puerto de suministro B, el derivado de ácido carbónico que debe suministrarse mediante el puerto de suministro B es urea y/o un éster de ácido carbámico N-no sustituido, el gas descargado desde el tope de la columna de destilación comprende un compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o un compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado del compuesto que presenta el enlace urea, un compuesto hidroxilo y amonio, y el condensado comprende un compuesto que presenta un grupo carbonilo y un compuesto hidroxilo.

[7] El método para producir el compuesto carbonilo según [6], anteriormente, en el que una parte de un condensado entero se hace circular dentro de la columna de destilación.

[8] El método para producir el compuesto carbonilo según [6], anteriormente, en el que una parte o el condensado completo se suministra a la columna de destilación mediante el puerto de suministro B.

[9] El método para producir el compuesto carbonilo según [6], anteriormente, en el que una parte o el condensado completo se recicla como ingrediente de materia prima para producir un compuesto que presenta un grupo ureido representado por la fórmula (4) a continuación:

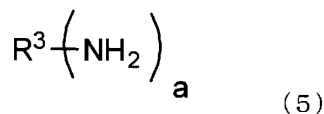
30



[10] El método para producir el compuesto carbonilo según [6], anteriormente, que comprende además la etapa de hacer reaccionar el amonio comprendido en el gas descargado desde el tope de la columna de destilación con dióxido de carbono para producir urea, reciclando la urea.

35

[11] El método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de [1] o [2], anteriormente, en el que la amina primaria orgánica es un compuesto representado por la fórmula (5) a continuación:



40

en la que:

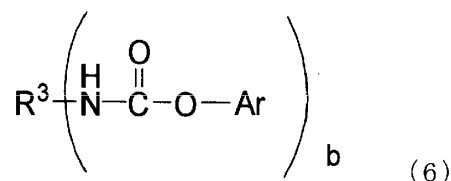
R³ representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono, y a es un número entero entre 1 y 10.

45

[12] El método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de [1] y [4] a [6], anteriormente, en el que:

el compuesto hidroxilo es un compuesto hidroxilo aromático, y el compuesto carbonilo comprende un O-aril-éster de ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (6) a continuación:

50

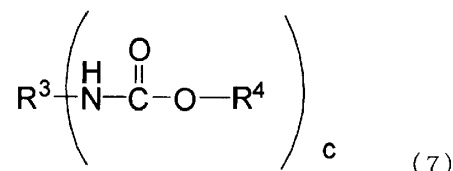


en la que:

R³ representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono,
 Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxil aromático, que es un residuo obtenido mediante la eliminación de un grupo hidroxil del compuesto hidroxil aromático, y
 'b' representa un número entero entre 1 y 10.

[13] El método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de [1] y [4] a [6], anteriormente, en el que:

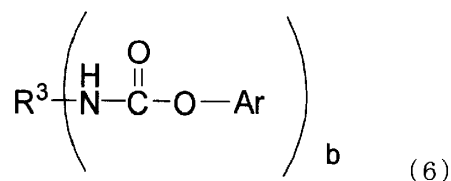
el compuesto hidroxil es alcohol, y
 el compuesto carbonilo comprende un O-alkil-éster de ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (7) a continuación:



en la que:

R³ representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono,
 R⁴ representa un grupo derivado de alcohol, que es un residuo obtenido mediante la eliminación de un grupo hidroxil del alcohol, y
 'c' representa un número entero entre 1 y 10.

[14] El método para producir el compuesto carbonilo según [13], anteriormente, comprende además una etapa de hacer reaccionar el O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido con un compuesto hidroxil aromático con el fin de obtener un O-aril éster alquilo representado por la fórmula (6) a continuación, y alcohol:



en la que:

R³ representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono,
 Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxil aromático, que es un residuo obtenido mediante la eliminación de un grupo hidroxil del compuesto hidroxil aromático, y
 'b' representa un número entero entre 1 y 10.

[15] Un método para producir un isocianato, que comprende una etapa de someter un O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido obtenido mediante el método de producción según [12] o [14], anteriormente, a una reacción pirolítica con el fin de obtener un producto que comprende un isocianato y un compuesto hidroxil aromático.

[16] El método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de [1] y [4] a [6], anteriormente, en el que el compuesto hidroxil es alcohol obtenido mediante el método de producción según [14], anteriormente.

[17] El método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de [1], [4] a [6] y [14], anteriormente, en el que el compuesto hidroxil o el compuesto hidroxil aromático es un compuesto hidroxil aromático obtenido mediante el método de producción según [15], anteriormente.

[18] El método para producir un isocianato según [15], anteriormente, que comprende además una etapa de separación del producto obtenido mediante la reacción pirolítica en un ingrediente en fase gaseosa y un ingrediente de fase líquida, seguido de la recuperación de un ingrediente de una parte o de la fase líquida completa, en el que el ingrediente de la fase líquida comprende un compuesto que presenta un enlace urea.

[19] El método para producir el compuesto carbonilo según [1], anteriormente, en el que el compuesto que presenta el enlace urea es un compuesto que presenta un enlace urea comprendido en el ingrediente de la fase líquida obtenido mediante el método de producción según [18], anteriormente.

Ventajas de la invención

Según el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, puede producirse eficientemente un compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado de un derivado del ácido carbónico a partir de un compuesto que presenta un enlace urea y un derivado de ácido carbónico. En particular, debido a que un compuesto que presenta

un enlace urea obtenido como producto secundario puede convertirse en un éster de ácido carbámico N-sustituido en un método para producir un éster de ácido carbámico N-sustituido, dicho éster de ácido carbámico N-sustituido que se utiliza preferentemente en la producción de un isocianato puede producirse con un rendimiento elevado. Además, un derivado de ácido carbónico que se ha utilizado en exceso en la reacción puede recuperarse y reciclarse, de manera que puede producirse más eficientemente un éster de ácido carbámico N-sustituido sin perjudicar las cantidades de derivado de ácido carbónico y de amina primaria orgánica utilizadas.

Breve descripción de los dibujos

- La figura 1 es una vista esquemática que muestra un ejemplo del aparato de reacción utilizado en el método de producción de la presente realización.
 La figura 2 es una vista esquemática que muestra un ejemplo del aparato de reacción utilizado en el método de producción de la presente realización.
 La figura 3 es una vista esquemática que muestra un ejemplo del aparato de reacción utilizado en el método de producción de la presente realización.
 La figura 4 es una vista esquemática que muestra un ejemplo del aparato de reacción utilizado en el método de producción de la presente realización.
 La figura 5 es una vista esquemática que muestra un ejemplo del aparato de reacción utilizado en el método de producción de la presente realización.
 La figura 6 es una vista esquemática que muestra un ejemplo del aparato de reacción utilizado en el método de producción de la presente realización.
 La figura 7 es una vista esquemática que muestra un ejemplo del aparato de reacción utilizado en el método de producción de la presente realización.

Modo de llevar a cabo la invención

A continuación en la presente memoria se describe en detalle la realización de puesta en práctica de la presente invención (en lo sucesivo en la presente memoria denominada "la presente realización"). Debe indicarse que la presente invención no se encuentra limitada a la realización siguiente.

<< Nomenclatura de compuestos utilizada en la presente realización >>

En primer lugar, se describe la nomenclatura de los compuestos utilizada en la presente realización.

- En la presente especificación, como nombres de compuesto se utilizan muchos casos nombres que se basan en las normas indicadas en la Nomenclatura definida por la IUPAC (The International Union of Pure and Applied Chemistry) (IUPAC Nomenclature of Organic Chemistry). Las normas anteriormente mencionadas se basan en recomendaciones de nomenclatura orgánica y bioquímica. En lo sucesivo en la presente memoria, en donde se aplican en la presente solicitud normas de la IUPAC y las normas de nomenclatura definidas por la IUPAC (excepto para el caso de que se cite particularmente la recomendación de la IUPAC en otros ejercicios comerciales), se cita "Yuki Kagaku/Seikagaku Meimeihou (Nomenclature of Organic Chemistry/Biochemistry)" (Nankodo Co., Ltd., Japan, 2a edición revisada, 1992), que se basa en la "Edición 1980" que se basa en las Recomendaciones 1979 e incluye todas las normas de química orgánica y bioquímica y las normas referentes a la traducción al japonés, publicadas como volumen complementario de "Kagaku no Ryoiki (Campo de la Química)" y que incluye todas las revisiones y recomendaciones posteriores. El término "orgánico" se utiliza en la presente memoria para referirse a un grupo general de compuestos que se consideran dianas de la nomenclatura dada a conocer en la publicación anteriormente indicada. Las dianas pueden ser las mismas que las indicadas en las recomendaciones publicadas en 1993. Sin embargo, el compuesto "orgánico" como diana de la Nomenclatura anteriormente indicada incluye además compuestos de metal orgánicos y complejos metálicos. En la presente realización, "orgánico" y/o "grupos orgánicos" y/o "sustituyentes", así como los compuestos utilizados en la presente realización se indican posteriormente. Dichos compuestos están constituidos de átomos, excluyendo átomos de metal y/o átomos de semimetal, a menos que se indique lo contrario. Más preferentemente, en la presente realización se utilizan las expresiones "compuestos orgánicos", "grupos orgánicos" y "sustituyentes" que están constituidos por átomos seleccionados de H (átomo de hidrógeno), C (átomo de carbono), N (átomo de nitrógeno), O (átomo de oxígeno), S (átomo de azufre), Cl (átomo de cloro), Br (átomo de bromo) y I (átomo de yodo).

- Además, en las descripciones siguientes, los términos "alifático" y "aromático" se utilizan frecuentemente. Según las Normas de la IUPAC anteriormente mencionadas, los compuestos orgánicos se clasifican en compuestos alifáticos y compuestos aromáticos. Los compuestos alifáticos se definen basándose en las Recomendaciones de la IUPAC de 1995. En las Recomendaciones, los compuestos alifáticos se definen como "compuestos de carbono saturados o insaturados, lineales o cíclicos, excluyendo los compuestos aromáticos". Además, los compuestos alifáticos utilizados en las descripciones de la presente realización incluyen todos los compuestos, saturados e insaturados, lineales y cíclicos, e indican los "compuestos orgánicos", "grupos orgánicos" y "sustituyentes" anteriormente indicados que están constituidos por átomos seleccionados de H (átomo de hidrógeno), C (átomo de carbono), N (átomo de nitrógeno), O (átomo de oxígeno), S (átomo de azufre), Si (átomo de silicio), átomos de halógeno seleccionados de Cl (átomo de cloro), Br (átomo de bromo) y I (átomo de yodo).

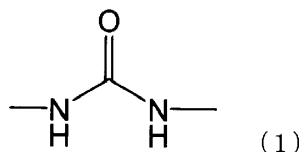
En el caso de que un grupo aromático se una a un grupo alifático, tal como en el caso de un "grupo aralquilo", dicho grupo con frecuencia se denomina "grupo alifático sustituido con un grupo aromático", "grupo alifático aromático" o "grupo alifático de unión a grupo aromático". Lo anterior se basa en la reactividad en la presente realización, y ello se debe a que las propiedades de un grupo tal como un grupo aralquilo con respecto a la reactividad son extremadamente similares, no respecto a la reactividad de los compuestos aromáticos sino respecto a la de los compuestos alifáticos. Además, pueden existir casos en los que un grupo reactivo no aromático que incluye un grupo aralquilo y un grupo alquilo con frecuencia se denomina "grupo alifático sustituido opcionalmente con un grupo aromático", "grupo alifático sustituido con un grupo aromático", "grupo alifático de unión a grupo aromático", y en el que estos grupos se encuentran comprendidos en los grupos "alifáticos".

En donde se describen las fórmulas generales de los compuestos utilizadas en la presente especificación, se definen utilizando las Normas de nomenclatura definidas por la IUPAC anteriormente indicada. Sin embargo, como nombres de grupos específicos y como nombres de compuestos ejemplificados, con frecuencia se utilizan nombres triviales. Además, el número de átomos, el número de sustituyentes y otros números se indican todos como números enteros en la presente especificación.

En el caso de que los sustituyentes y compuestos ejemplificados en la presente especificación presenten isómeros estructurales, estos isómeros estructurales se encuentran comprendidos dentro del alcance de la presente invención, a menos que se indique lo contrario.

<< Método para producir compuesto carbonilo >>

El método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización comprende una etapa (X) de hacer reaccionar un compuesto que presenta un enlace urea representado por la fórmula (1) tal como se muestra posteriormente con un derivado de ácido carbónico que presenta un grupo carbonilo (-C(=O)-) bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea con el fin de obtener el compuesto carbonilo:



Además, la etapa (X) se lleva a cabo en coexistencia con un compuesto hidroxilo.

El compuesto carbonilo obtenido mediante el método de producción de la presente realización es un éster de ácido carbámico N-sustituido. Alternativamente, el compuesto carbonilo es un compuesto que presenta un grupo representado por la fórmula (3) indicada en la presente memoria.

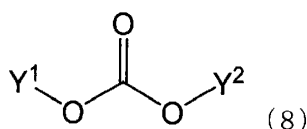
En lo sucesivo en la presente memoria, se describen en detalle los compuestos utilizados en la presente realización.

< Derivado de ácido carbónico >

El derivado de ácido carbónico utilizado en la presente realización indica el compuesto general que presenta un grupo carbonilo (-C(=O)-). El derivado de ácido carbónico es un éster de ácido carbónico, un éster de ácido carbónico N-no sustituido o urea. Alternativamente, el derivado de ácido carbónico es un fosgeno. El derivado de ácido carbónico es preferentemente urea o un éster de ácido carbámico N-no sustituido, y más preferentemente un éster de ácido carbónico.

< Éster de ácido carbónico >

El éster de ácido carbónico indica un compuesto en el que se sustituye uno o dos átomos de hidrógeno del ácido carbónico, CO(OH)₂, por un grupo alifático o un grupo aromático. El éster de ácido carbónico utilizado en la presente realización es preferentemente un compuesto representado por la fórmula (8) a continuación:



en la que:

Y¹ e Y², cada uno independientemente, representan un grupo alifático que contiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo aromático que contiene 6 a 20 átomos de carbono, o un grupo alifático aromático que contiene 7 a 20 átomos de carbono, que opcionalmente contiene un átomo de oxígeno.

- 5 Y¹ e Y² en la fórmula (8), anteriormente, son preferentemente grupos constituidos de átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio y halógeno).

Entre los ejemplos preferentes de dicho grupo alifático se incluye un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico y un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (por ejemplo, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal, o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Un ejemplo del grupo aralquilo es un grupo alquilo lineal y/o ramificado sustituido con un grupo aromático. Preferentemente es un grupo alquilo que contiene 1 a 14 átomos de carbono sustituidos con un grupo aromático que contiene 6 a 19 átomos de carbono. Tal como se ha indicado anteriormente, dicho grupo aromático es preferentemente un grupo constituido de átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio y halógeno). Entre los ejemplos de dicho grupo aromático se incluye un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico entrecruzado, un grupo aromático multianillo y un grupo aromático heterocíclico. Entre los ejemplos más preferentes se incluyen un grupo fenilo sustituido y/o no sustituido, un grupo naftilo sustituido y/o no sustituido, y un grupo antrilo sustituido y/o no sustituido.

En el caso de que Y¹ e Y² sean grupos aromáticos, un ejemplo de dicho grupo es un grupo constituido de átomos no metálicos específicos (átomos de carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre, silicio y halógeno). Entre los ejemplos de dicho grupo se incluye un grupo aromático monocíclico, un grupo aromático policíclico condensado, un grupo aromático cíclico entrecruzado, un grupo aromático multianillo y un grupo aromático heterocíclico. Entre los ejemplos más preferentes se incluyen un grupo fenilo sustituido y/o no sustituido, un grupo naftilo sustituido y/o no sustituido, y un grupo antrilo sustituido y/o no sustituido. El sustituyente puede sustituirse con un átomo de hidrógeno, un grupo alifático (un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico y un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (por ejemplo un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico)) o el grupo aromático anteriormente indicado, o puede ser un grupo constituido del grupo alifático y grupo aromático anteriormente indicados.

Entre los ejemplos de tales Y¹ e Y² se incluyen:

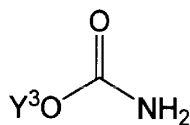
- 35 grupos alquilo, cada uno de los cuales contiene 1 a 20 átomos de carbono, tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un grupo octilo, un grupo nonilo, un grupo decilo, un grupo undecilo, un grupo dodecilo, un grupo tridecilo, un grupo tetradecilo, un grupo pentadecilo, un grupo hexadecilo, un grupo heptadecilo y un grupo octadecilo,
 40 grupos arilo, cada uno de los cuales contiene 6 a 20 átomos de carbono, tales como un grupo fenilo, un grupo metilfenilo, un grupo etilfenilo, un grupo propilfenilo, un grupo butilfenilo, un grupo pentilfenilo, un grupo hexilfenilo, un grupo heptilfenilo, un grupo octilfenilo, un grupo nonilfenilo, un grupo decilfenilo, un grupo bifenilo, un grupo dimetilfenilo, un grupo dietilfenilo, un grupo dipropilfenilo, un grupo dibutilfenilo, un grupo dipentilfenilo, un grupo dihexilfenilo, un grupo diheptilfenilo, un grupo terfenilo, un grupo trimetilfenilo, un grupo trietilfenilo, un grupo tripropilfenilo y un grupo tributilfenilo, y
 45 grupos aralquilo, cada uno de los cuales contiene 7 a 20 átomos de carbono, tales como un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo, un grupo fenilpropilo, un grupo fenilbutilo, un grupo fenilpentilo, un grupo fenilhexilo, un grupo fenilheptilo, un grupo feniloctilo y un grupo fenilnonilo.

De dichos grupos, se utilizan más preferentemente grupos de hidrocarburo alifático, es decir, grupos alquilo, cada uno de los cuales contiene 1 a 8 átomos de carbono, tales como un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo o un grupo octilo, y grupos aromáticos, tales como un grupo fenilo, un grupo metilfenilo, un grupo etilfenilo, un grupo propilfenilo, un grupo butilfenilo, un grupo pentilfenilo, un grupo octilfenilo, un grupo nonilfenilo, un grupo cumilfenilo, un grupo bifenilo, un grupo dimetilfenilo, un grupo dietilfenilo, un grupo dipropilfenilo y un grupo dipentilfenilo.

Entre los ejemplos específicos del éster de ácido carbónico se incluyen carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo, carbonato de dibutilo, carbonato de dipentilo, carbonato de dihexilo, carbonato de diheptilo, carbonato de dioctilo, carbonato de difenilo, carbonato de dimetilfenilo, carbonato de dietilfenilo, carbonato de dipropilfenilo, carbonato de dibutilfenilo, carbonato de dipentilfenilo, carbonato de dioctilfenilo, carbonato de dinonilfenilo, carbonato de dicumilfenilo, carbonato de di(bifenilo), carbonato de di(dimetilfenilo), carbonato de di(dietilfenilo), carbonato de di(dipropilfenilo), carbonato de di(dipentilfenilo) y carbonato de di(dicumilfenilo).

< Éster de ácido carbámico N-no sustituido >

- 65 El éster de ácido carbámico N-no sustituido utilizado en la presente realización es preferentemente un compuesto representado por la fórmula (9) a continuación:



(9)

en la que:

5 Y_3 representa un grupo alifático que contiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo aromático que contiene 6 a 20 átomos de carbono, o un grupo alifático aromático que contiene 7 a 20 átomos de carbono, que opcionalmente contiene un átomo de oxígeno.

En la fórmula (9) anterior, Y^3 preferentemente representa los mismos grupos que los definidos para Y^1 , anteriormente.

10 Entre los ejemplos específicos del éster de ácido carbámico N-no sustituido se incluyen carbamato de metilo, carbamato de etilo, carbamato de propilo, carbamato de butilo, carbamato de pentilo, carbamato de hexilo, carbamato de heptilo, carbamato de octilo, carbamato de nonilo, carbamato de decilo, carbamato de undecilo, carbamato de dodecilo, carbamato de tridecilo, carbamato de tetradecilo, carbamato de pentadecilo, carbamato de hexadecilo, carbamato de heptadecilo, carbamato de octadecilo, carbamato de nonadecilo, carbamato de fenilo, carbamato de metilfenilo, carbamato de etilfenilo, carbamato de propilfenilo, carbamato de butilfenilo, carbamato de pentilfenilo, carbamato de hexilfenilo, carbamato de heptilfenilo, carbamato de octilfenilo, carbamato de nonilfenilo, carbamato de decilfenilo, carbamato de bifenilo, carbamato de dimetilfenilo, carbamato de dietilfenilo, carbamato de dipropilfenilo, carbamato de dibutilfenilo, carbamato de dipentilfenilo, carbamato de dihexilfenilo, carbamato de diheptilfenilo, carbamato de terfenilo, carbamato de trimetilfenilo, carbamato de trietilfenilo, carbamato de tripropilfenilo, carbamato de tributilfenilo, carbamato de fenilmetilo, carbamato de feniletilo, carbamato de fenilpropilo, carbamato de fenilbutilo, carbamato de fenilpentilo, carbamato de fenilhexilo, carbamato de fenilheptilo, carbamato de feniloctilo y carbamato de fenilnonilo.

25 < Amina primaria orgánica >

En el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, se utiliza una amina orgánica en algunos casos. Como tal amina orgánica preferentemente se utiliza una amina primaria orgánica. La expresión "amina primaria orgánica" se utiliza en la presente memoria para referirse a "la amina primaria (una amina monoprimary y una amina poliprimary)" estipulada por la norma C-8 indicada en la Nomenclatura (Nomenclatura de Química Orgánica de la IUPAC (The International Union of Pure and Applied Chemistry).) La amina primaria orgánica es preferentemente un compuesto representado por la fórmula (5) a continuación:



35 en la que

R^3 representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono, y 'a' es un número entero entre 1 y 10.

40 Entre los ejemplos de R^3 se incluye un grupo alifático, un grupo aromático y un grupo formado mediante la unión de un grupo alifático a un grupo aromático. Entre los ejemplos de dicho grupo se incluye un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico (por ejemplo, un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico entrecruzado, un grupo hidrocarburo espiro, un grupo hidrocarburo multianillo, un grupo hidrocarburo cíclico con una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo cíclico entrecruzado hetero y un grupo heterocíclico), un grupo al que se une por lo menos uno seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico, y un grupo al que se une el grupo anteriormente indicado mediante un enlace covalente con átomos no metálicos específicos (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre y silicio).

50 De entre estos R^3 , considerando la improbabilidad de reacciones secundarias, el R^3 que puede utilizarse preferentemente en la presente realización es un grupo que contiene 1 a 85 átomos de carbono, que se selecciona de grupo alifático, grupo aromático y grupo formado mediante la unión de un grupo alifático a un grupo aromático. Considerando la fluidez, el R^3 es preferentemente un grupo que contiene 1 a 70 átomos de carbono, y más preferentemente un grupo que contiene 1 a 13 átomos de carbono.

55 Entre los ejemplos del grupo alifático preferente adicional se incluyen un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico y un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (por ejemplo, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico), cada uno de los cuales contiene 6 a 70 átomos de carbono.

60 Entre los ejemplos preferentes de la amina primaria orgánica constituida con R^3 se incluyen:

(1) una amina monoprimary orgánica aromática, en la que R^3 representa un grupo que contiene 6 a 85 átomos de carbono, que contiene uno o más anillos aromáticos sustituidos opcionalmente con grupos alifáticos y/o aromáticos, los anillos aromáticos de los cuales se sustituyen con grupos NH_2 y 'a' es un número entero igual a 1,

(2) una amina poliprimaria orgánica aromática, en la que R^3 representa un grupo que contiene 6 a 85 átomos de carbono, que contiene uno o más anillos aromáticos sustituidos opcionalmente con grupos alifáticos y/o aromáticos, los anillos aromáticos de los cuales se sustituyen con grupos NH_2 y 'a' es un número entero igual o superior a 2, y

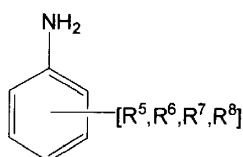
(3) una amina poliprimaria orgánica alifática, en la que R^3 representa un grupo alifático que contiene 1 a 85 átomos de carbono, que se sustituye opcionalmente con un grupo aromático, y 'a' es un número entero igual a 2 o 3.

Con respecto a las aminas orgánicas anteriormente indicadas, una amina orgánica en la que un átomo (preferentemente, un átomo de carbono) al que se une un grupo NH_2 se encuentra contenida en el anillo aromático, se define como una amina orgánica aromática, mientras que una amina orgánica, en la que un grupo NH_2 se une a un átomo (principalmente, un átomo de carbono) que no se encuentra en el anillo aromático, se define como una amina orgánica alifática.

Se proporcionan posteriormente ejemplos específicos de aminas primarias orgánicas preferentes.

(1) Amina monoprimary orgánica aromática

Un ejemplo de la amina primaria orgánica utilizada en la presente realización es una amina monoprimary orgánica aromática, en la que, en la fórmula (5) anterior, R^3 es un grupo que contiene 6 a 85 átomos de carbono, que contiene uno o más anillos aromáticos sustituidos opcionalmente con grupos alifáticos y/o aromáticos, los anillos aromáticos de los cuales se sustituyen con grupos NH_2 , y 'a' es un número entero igual a 1. Un ejemplo preferente de la amina primaria orgánica utilizada en la presente realización es una amina monoprimary orgánica aromática, en la que, en la fórmula (5) anterior, R^3 es un grupo que contiene 6 a 70 átomos de carbono y 'a' es un número entero igual a 1. Considerando la fluidez, un ejemplo más preferente es una amina monoprimary orgánica aromática, en la que, en la fórmula (5) anterior, R^3 es un grupo que contiene 6 a 13 átomos de carbono y a es un número entero igual a 1, y es una amina monoprimary orgánica aromática representada por la fórmula (10) a continuación:



(10)

en la que:

por lo menos uno de posición orto y/o posición para del grupo NH_2 se encuentra no sustituido, y cada uno de R^5 a R^8 representa independientemente un grupo sustituido en cualquier posición dada en la que se mantiene la aromaticidad del anillo.

R^5 a R^8 pueden sustituir independientemente el anillo aromático, o R^5 a R^8 pueden unirse entre sí formando un anillo con el anillo aromático. Además, cada uno de R^5 a R^8 preferentemente representa un átomo de hidrógeno, o un grupo constituido por un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo y un grupo al que se une un grupo seleccionado de estos grupos mediante un enlace alifático saturado y/o un enlace éter. El grupo arilo opcionalmente presenta un grupo hidroxilo.

El número de átomos de carbono contenido en cada uno de R^5 a R^8 es un número entero comprendido entre 0 y 7. El número total de átomos de carbono que constituye la amina monoprimary orgánica aromática representada por la fórmula (10) es un número entero entre 6 y 50 y preferentemente un número entero entre 6 y 13.

Un ejemplo más preferente de la amina monoprimary orgánica aromática representada por la fórmula (10) es una amina monoprimary orgánica aromática, en la que cada uno de R^5 a R^8 en la fórmula (10) representa un átomo de hidrógeno o un grupo seleccionado de grupos alquilo tales como un grupo metilo y un grupo etilo. Entre los ejemplos de dicha amina monoprimary orgánica aromática se incluye anilina, aminotolueno, dimetilnilina, dietilnilina, dipropilnilina, aminonaftaleno, aminometilnaftaleno, dimetilnilamina y trimetilnilamina. De ellos, se utiliza más preferentemente la anilina.

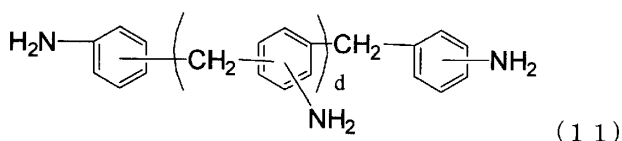
Debe indicarse que compuestos proporcionados como ejemplos específicos en la presente realización pueden presentar isómeros, tales isómeros individuales también se encuentran incluidos en los ejemplos específicos.

(2) Amina poliprimaria orgánica aromática

Un ejemplo de la amina primaria orgánica utilizada en la presente realización es una amina poliprimaria orgánica

aromática, en la que, en la fórmula (5) anterior, R^3 es un grupo que contiene 6 a 85 átomos de carbono, que contiene uno o más anillos aromáticos sustituidos opcionalmente con grupos alifáticos y/o aromáticos, los anillos aromáticos de los cuales se sustituyen con grupos NH_2 , y 'a' es un número entero igual a 2 o superior. Un ejemplo preferente de la amina primaria orgánica utilizada en la presente realización es una amina poliprimaria orgánica aromática, en la que, en la fórmula (5) anterior, R^3 es un grupo que contiene 6 a 70 átomos de carbono y 'a' es un número entero igual a 2 o superior. Considerando la fluidez, un ejemplo más preferente es una amina poliprimaria orgánica aromática, en la que, en la fórmula (5) anterior, R^3 es un grupo que contiene 6 a 13 átomos de carbono, que contiene uno o más anillos aromáticos que se sustituyen más opcionalmente con un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, un grupo NH_2 se une al grupo aromático contenido en R^3 y 'a' es un número entero igual a 2 o superior.

Entre los ejemplos de dicha amina poliprimaria orgánica aromática se incluye diaminobenceno, diaminotolueno, metilendianilina, diaminomesitileno, diaminobifenilo, diaminodibencilo, bis(aminofenil)metano, bis(aminofenil)propano, bis(aminofenil)éter, bis(aminofenoxietano), α,α' -diaminoxileno, diaminoanisol, diaminofenetol, diaminonaftaleno, di(aminometil)benceno, di(aminometil)piridina, diaminometilnaftaleno y polimetilénpolifenilpoliamina representada mediante la fórmula (11) a continuación:



en la que 'd' representa un número entero entre 0 y 6.

(3) Amina poliprimaria orgánica alifática

Un ejemplo de la amina primaria orgánica utilizada en la presente realización es una amina poliprimaria orgánica alifática, en la que, en la fórmula (5) anterior, R^3 es un grupo alifático que contiene 1 a 85 átomos de carbono, que se sustituye opcionalmente con un grupo aromático, y 'a' es un número entero igual a 2 o 3.

La amina poliprimaria orgánica alifática es preferentemente una amina poliprimaria orgánica alifática en la que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico, o un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (por ejemplo, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). El número de átomos de carbono contenidos en el grupo alifático es más preferentemente de 1 a 70, y considerando la fluidez necesaria para la producción en masa industrial, el número de átomos de carbono es más preferentemente de 6 a 13.

Un ejemplo específico de la amina poliprimaria orgánica alifática es una amina poliprimaria orgánica alifática, en la que, en la fórmula (5), R^3 es un grupo alquilo de cadena lineal y/o cadena ramificada, un grupo cicloalquilo, o un grupo constituido por el grupo alquilo y el grupo cicloalquilo.

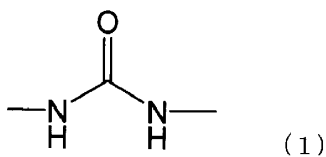
Entre los ejemplos de dicha amina poliprimaria orgánica alifática se incluyen:

alquilo-di-amina primaria, tal como etilén-diamina, diaminopropano, diaminobutano, diaminopentano, diaminohexano, diaminoheptano, diaminooctano, diaminononano y diaminodecano, alquil-tri-amina primaria, tal como triaminohexano, triaminoheptano, triaminooctano, triaminononano y triaminodecano, cicloalquil aminas primarias, tales como diaminociclobutano, diaminociclopentano y diaminciclohexano, y ciclohexil aminas poliprimarias sustituidas con grupos alquilo, tales como 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (formas cis y/o trans) y metilén-bis(ciclohexilamina).

Preferentemente se utilizan las aminas primarias orgánicas indicadas en (1), (2) y (3), anteriormente. Entre otras, resultan más preferentes las aminas primarias orgánicas, que son monoaminas primarias orgánicas, diaminas primarias orgánicas o triaminas primarias orgánicas (aminas primarias orgánicas en las que, en la fórmula (5), anteriormente, 'a' es un número entero igual a 1, 2 o 3).

< Compuesto que presenta enlace urea >

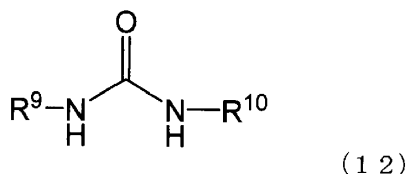
El compuesto que presenta el enlace urea utilizado en la presente realización es un compuesto que contiene un enlace urea representado por la fórmula (1) a continuación (en lo sucesivo simplemente denominado "compuesto que contiene un enlace urea" ocasionalmente):



Se proporcionan posteriormente ejemplos específicos de dicho compuesto que contiene un enlace urea.

5 < Urea N-sustituida >

La urea N-sustituida representada mediante la fórmula (12) a continuación es uno de los compuestos que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1) a continuación:



en la que:

R⁹ y R¹⁰ representan, cada uno, independientemente, un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono.

15 En la fórmula (12), anteriormente, resulta preferente que R⁹ y R¹⁰, cada uno independientemente, represente un grupo alifático que contiene 1 a 85 átomos de carbono, o un grupo aromático que contiene 6 a 85 átomos de carbono. El grupo alifático que contiene 1 a 85 átomos de carbono se sustituye opcionalmente con un grupo aromático. El grupo aromático que contiene 6 a 85 átomos de carbono contiene uno o más anillos aromáticos, y los anillos aromáticos se sustituyen opcionalmente con grupos alifáticos y/o grupos aromáticos. Entre los ejemplos de un grupo alifático preferente se incluye un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico (incluyendo un grupo aromático) y un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (por ejemplo, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Entre los ejemplos de un grupo alifático más preferente adicional se incluyen un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico y un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (por ejemplo, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico), cada uno de los cuales contiene 1 a 70 átomos de carbono. Considerando la fluidez necesaria para la producción en masa industrial, un ejemplo preferente adicional es un compuesto en el que R⁹ y R¹⁰, cada uno independientemente, representa un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico y un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (por ejemplo, un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un grupo hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico), cada uno de los cuales contiene 6 a 13 átomos de carbono y cada uno de los cuales está constituido por un átomo de carbono y un átomo de hidrógeno.

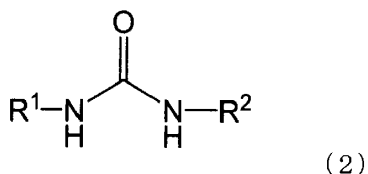
35 Es decir, es el caso de un grupo en el que R⁹ y R¹⁰ son un grupo alquilo de cadena lineal y/o de cadena ramificada, un grupo cicloalquilo y un grupo constituido por el grupo alquilo y el grupo cicloalquilo. Además, en el caso de que R⁹ y R¹⁰ sean grupos aromáticos, son grupos aromáticos que contienen 6 a 70 átomos de carbono. Considerando la fluidez, R⁹ y R¹⁰ más preferentemente contienen uno o más anillos aromáticos, y además, los anillos aromáticos son grupos aromáticos que contienen 6 a 13 átomos de carbono que se sustituyen opcionalmente con grupos alquilo, grupos arilo y grupos aralquilo.

40 Entre los ejemplos de tales ureas N-sustituidas se incluyen 1,3-dimetilurea, 1,3-dietilurea, 1,3-dipropilurea, 1,3-dibutilurea, 1,3-dipentilurea, 1,3-dihexilurea, 1,3-dioctilurea, 1,3-didecilurea, 1,3-dioctadecilurea, 1,3-diciclopropilurea, 1,3-diciclohexilurea, 1,3-diciclooctilurea, 1,3-di(feniletil)urea, 1,3-di(fenilbutil)urea, 1,3-di(feniloctil)urea, 1,3-di(fenildodecil)urea, 1,3-difenilurea, 1,3-di(metilfenil)urea, 1,3-di(etilfenil)urea, 1,3-di(propilfenil)urea, 1,3-di(butilfenil)urea, 1,3-di(pentilfenil)urea, 1,3-di(hexilfenil)urea, 1,3-di(heptilfenil)urea, 1,3-di(octilfenil)urea, 1,3-di(nonilfenil)urea, 1,3-di(decilfenil)urea, 1,3-di(bifenil)urea, 1,3-di(dimetilfenil)urea, 1,3-di(dietilfenil)urea, 1,3-di(dipropilfenil)urea, 1,3-di(dibutilfenil)urea, 1,3-di(dipentilfenil)urea, 1,3-di(dihexilfenil)urea, 1,3-di(diheptilfenil)urea, 1,3-di(terfenil)urea, 1,3-di(trimetilfenil)urea, 1,3-di(trietilfenil)urea, 1,3-di(tripropilfenil)urea, 1,3-di(tributilfenil)urea, 1,3-di(fenilmetil)urea, 1,3-di(feniletil)urea, 1,3-di(fenilpropil)urea, 1,3-di(fenilbutil)urea, 1,3-di(fenilpentil)urea, 1,3-di(fenilhexil)urea, 1,3-di(fenilheptil)urea, 1,3-di(feniloctil)urea y 1,3-di(fenilnonil)urea.

< Método para producir compuesto que presenta enlace urea >

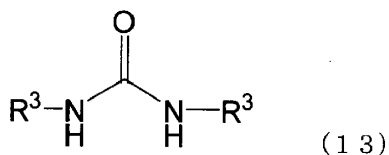
55 El compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1), anteriormente, puede producirse, por ejemplo, a partir de ingredientes de materia prima que contienen una amina primaria orgánica y un derivado de ácido

carbónico. El compuesto que presenta enlace urea obtenido mediante el presente método de producción es, por ejemplo, un compuesto representado por la fórmula (2) a continuación:



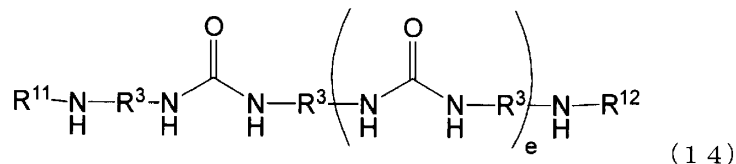
5 en la que:
 R^1 y R^2 representan, cada uno independientemente, un grupo orgánico que contiene un grupo derivado de la amina primaria orgánica.

10 Por ejemplo, en el caso de que la amina primaria orgánica sea la amina primaria orgánica representada por la fórmula (5), anteriormente, y sea una monoamina primaria orgánica en la que, en la fórmula (5) anteriormente, 'a' es 1, el compuesto representado por la fórmula (2), anteriormente, puede representarse mediante la fórmula (13), a continuación:



15 en la que:
 R^3 representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono.

20 Además, en el caso de que la amina primaria orgánica sea la amina primaria orgánica representada mediante la fórmula (5), anteriormente, en la que 'a' es 2, el compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (2), anteriormente, puede representarse mediante la fórmula (14), a continuación:



25 en la que:
 R^3 representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono,
 R^{11} y R^{12} , cada uno independientemente, representan un grupo seleccionado del grupo que consiste en las fórmulas (15) a (17), a continuación, y
 30 'e' representa 0 o un número entero positivo.



40 en las que:
 R^{13} representa un residuo obtenido mediante la eliminación de un grupo OH de un compuesto hidroxí.

45 El compuesto anteriormente indicado que presenta el enlace urea puede ser un compuesto obtenido junto con un éster de ácido carbámico N-sustituido, en el que una amina primaria orgánica se hace reaccionar con un derivado de ácido carbónico para producir el éster de ácido carbámico N-sustituido. A continuación en la presente memoria se describe un método para producir un compuesto que presenta un enlace urea, así como un éster de ácido carbámico N-sustituido mediante la reacción de una amina primaria orgánica con un derivado de ácido carbónico.

50 Existen varios métodos para producir un compuesto que presenta un enlace urea a partir de ingredientes de materia prima que contienen una amina primaria orgánica y un derivado de ácido carbónico. De esta manera, el método de

producción utilizado en la presente memoria no se encuentra particularmente limitado. Preferentemente se utilizan los métodos siguientes.

5 Método (1): un método para producir un compuesto que presenta un enlace urea a partir de una amina primaria orgánica, urea y un compuesto hidroxilo, en el que la urea se utiliza como derivado de ácido carbónico.

10 Método (2): un método para producir un compuesto que presenta un enlace urea a partir de una amina primaria orgánica y un éster de ácido carbónico, en el que el éster de ácido carbónico representado mediante la fórmula (8), anteriormente, se utiliza como un derivado de ácido carbónico.

15 Método (3): un método para producir un compuesto que presenta un enlace urea a partir de una amina primaria orgánica y un fosgeno, en el que se utiliza el fosgeno como derivado de ácido carbónico.

(Método (1))

15 En primer lugar, se describe el método (1).

El método (1) se clasifica adicionalmente en dos métodos, es decir, el método (i) a continuación, y el método (ii).

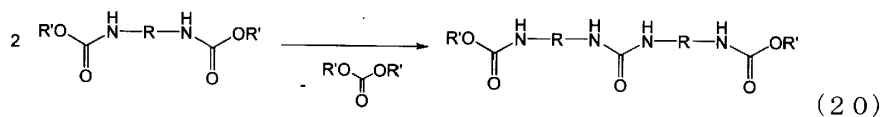
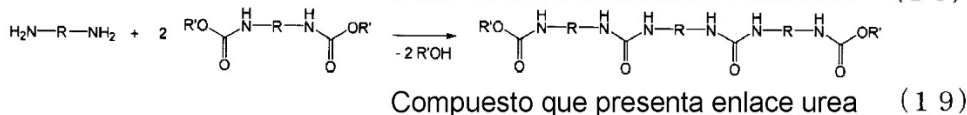
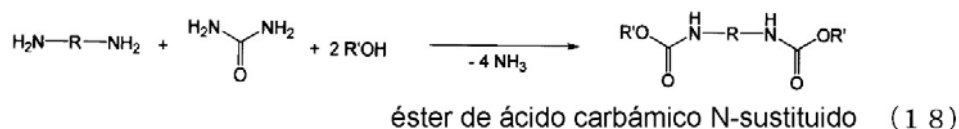
20 Método (i): un método que comprende una etapa (A) de hacer reaccionar "simultáneamente" una amina primaria orgánica, urea y un compuesto hidroxilo.

25 Método (ii): un método que comprende una etapa (B) de hacer reaccionar una amina primaria orgánica con urea con el fin de obtener una mezcla de reacción que comprende un compuesto que presenta un grupo ureido, y una etapa (C) de hacer reaccionar el compuesto que presenta el grupo ureido obtenido en la etapa (B) con un compuesto hidroxilo.

(Método (i))

30 En primer lugar, el término "simultáneamente" utilizado en la etapa (A) del método (i) se refiere a que la etapa no se divide, siendo diferente del método (ii). No implica necesariamente que la amina primaria orgánica, la urea y el compuesto hidroxilo se hagan reaccionar entre sí de manera completamente simultánea.

35 En la etapa (A), por ejemplo, se genera un éster de ácido carbámico N-sustituido como resultado de la reacción representada mediante la fórmula (18) a continuación, y simultáneamente, se genera un compuesto que presenta un enlace urea como resultado de las reacciones representadas por la fórmula (19) y la fórmula (20) a continuación.



40

en las que R y R', cada uno independientemente, representa un grupo orgánico.

45 En las fórmulas (18) a (20), anteriormente, se describe el caso de la utilización de una amina primaria orgánica bifuncional para facilitar la explicación. Sin embargo, el método de la presente realización no se encuentra limitado a la utilización de dicha amina primaria orgánica bifuncional. Además, los procedimientos de generación de un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto que presenta un enlace urea no se encuentran limitados a las fórmulas anteriores.

50

55 Las condiciones de reacción para hacer reaccionar una amina primaria orgánica, urea y un compuesto hidroxilo son diferentes según los tipos de compuestos que deben hacerse reaccionar. El compuesto hidroxilo se utiliza en una proporción estequiométrica de 0,5: 1 a 500: 1 respecto a la cantidad de grupo amino de la amina primaria orgánica utilizada. Considerando el tamaño del recipiente de reacción o la solubilidad de un derivado de urea, el compuesto hidroxilo se utiliza en una proporción estequiométrica de, preferentemente, 1: 1 a 200: 1, más preferentemente de 1,5:

ES 2 726 527 T3

1 a 100: 1, y más preferentemente de 2: 1 a 50: 1 respecto a la cantidad de grupo amino de la amina primaria orgánica utilizada.

5 La urea se utiliza en una proporción estequiométrica de 0,5: 1 a 50: 1 respecto a la cantidad de grupo amino de la amina primaria orgánica utilizada. En el caso de que la cantidad de urea utilizada sea pequeña, puede existir el caso de que se mantenga un grupo amino no reaccionado. De acuerdo con lo anterior, preferentemente se utiliza una cantidad en exceso de urea. Considerando el tamaño del recipiente de reacción o la solubilidad de la urea, la urea se utiliza en una proporción estequiométrica de, preferentemente, 1,1: 1 a 10: 1, y más preferentemente de 1,5: 1 a 5: 1 respecto a la cantidad de grupo amino de la amina primaria orgánica utilizada.

10 La temperatura de reacción depende de la reactividad de la amina orgánica, urea y compuesto hidroxil utilizado. Preferentemente se encuentra comprendida en el intervalo de 100°C a 350°C. En el caso de que la temperatura de reacción sea de 350°C o inferior, puede suprimirse la descomposición de la urea o la deshidrogenación del compuesto hidroxil. En caso contrario, la reacción de descomposición y la reacción de degeneración del éster de ácido carbámico N-sustituido como producto pueden suprimirse. Desde este punto de vista, la temperatura de reacción se encuentra comprendida más preferentemente en el intervalo de 120°C a 320°C, y más preferentemente en el intervalo de 140°C a 300°C.

15 La presión de reacción depende, por ejemplo, de la composición del sistema de reacción, de la temperatura de reacción, del método de eliminación de productos secundarios (p.ej., amonio) y del aparato de reacción. La presión de reacción puede fijarse en una presión reducida, en una presión ordinaria o en una presión comprimida. En general, la presión de reacción se encuentra comprendida preferentemente en el intervalo de 0,01 kPa a 10 MPa (presión absoluta). Considerando la facilitación de la producción industrial, resulta preferente una presión reducida o una presión ordinaria, y resulta más preferente una presión en el intervalo de 0,1 kPa a 0,1 MPa (presión absoluta).

20 Puede utilizarse un tipo de recipiente de reacción en el que la etapa (A) no se encuentra particularmente limitada y un recipiente de reacción conocido. Preferentemente se utilizan recipientes de reacción de tipo tanque y/o de tipo columna, que comprenden un condensador. Específicamente, pueden utilizarse en combinación, según resulte apropiado, recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un recipiente de reacción de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada y un destilador de película delgada.

25 Además, el recipiente de reacción preferentemente comprende un condensador. El tipo de dicho condensador no se encuentra particularmente limitado y puede utilizarse un condensador conocido. Por ejemplo, pueden utilizarse en combinación, según resulte apropiado, condensadores conocidos convencionalmente, tales como un condensador cilíndrico multitubular, un condensador de doble tubo, un condensador de tubo único y un condensador refrigerado por aire. El condensador puede integrarse en el interior del recipiente de reacción, o también puede incorporarse en el exterior del recipiente de reacción y puede conectarse con el recipiente de reacción mediante una tubería. Considerando el tipo de recipiente de reacción o condensador, y el método de manipulación del condensador, pueden adoptarse diversas formas.

30 Los materiales para el recipiente de reacción y el condensador no se encuentran particularmente limitados. Pueden utilizarse materiales conocidos. Entre los ejemplos del material que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen vidrio, acero inoxidable, acero de carbono, Hastelloy, un material de base revestido de vidrio y un material base recubierto con Teflon (marca comercial registrada). SUS304, SUS316 y SUS316L son económicos y, de esta manera, pueden utilizarse preferentemente. Los aparatos de instrumentación, tales como un caudalímetro y un termómetro, y pueden añadirse aparatos de procesamiento conocidos, tales como un rehervidor, una bomba y un condensador, según resulte necesario. El calentamiento puede llevarse a cabo mediante métodos conocidos, tales como con vapor y un calentador. Para el enfriamiento, pueden utilizarse métodos conocidos, tales como el enfriamiento natural, la utilización de agua de refrigeración y la utilización de solución hipersalina. También pueden añadirse otras etapas, según resulte necesario. Por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos, tales como una etapa de eliminación del amonio generado, una etapa de purificación de la amina primaria orgánica, una etapa de disolución de la urea en el compuesto hidroxil, una etapa de disolución del compuesto hidroxil, una etapa de separación del compuesto hidroxil, una etapa de separación y/o purificación del compuesto hidroxil, o una etapa de incineración o descarte de productos secundarios, en la medida en que aparentemente resulten necesarios en el presente campo técnico.

35 En la reacción de la amina primaria orgánica, la urea y el compuesto hidroxil, se genera amonio como producto secundario en muchos casos. De esta manera, preferentemente se lleva a cabo la reacción, eliminando simultáneamente dicho amonio del sistema de reacción. Como dicho método de eliminación, puede aplicarse un método de destilación de reacción, un método de utilización de gas inerte, separación mediante membrana, o un método que implica la separación adsorbtiva. Por ejemplo, el método de destilación de reacción es un método de separación de amonio, que se ha generado sucesivamente como resultado de la reacción, en un estado gaseoso mediante destilación. Con el fin de incrementar la eficiencia de destilación del amonio, puede llevarse a cabo destilación, sometiendo a ebullición simultáneamente el solvente o el compuesto hidroxil. Además, el método que utiliza gas inerte es un método del amonio acompañante generado sucesivamente como resultado de la reacción en un

estado gaseoso con gas inerte para separar el amonio del sistema de reacción. Resulta preferente un método de utilización de gas inerte, tal como nitrógeno, helio, argón, dióxido de carbono, metano, etano o propano, individualmente o en combinación, y de introducción del gas inerte en el sistema de reacción. Como adsorbentes utilizados en el método que implica la separación adsorptiva, pueden utilizarse adsorbentes que pueden utilizarse bajo condiciones de temperatura en las que se lleva a cabo la presente invención, tales como alúmina, diversos tipos de zeolita y tierras diatomáceas. Estos métodos de eliminación de amonio del sistema de reacción pueden aplicarse, individualmente o en combinación con múltiples tipos de métodos.

En la presente reacción, con el fin de incrementar la velocidad de reacción, puede utilizarse, por ejemplo, un catalizador. Entre los ejemplos de dicho catalizador que puede utilizarse preferentemente en la presente memoria se incluyen: catalizadores básicos, tales como metilato, etilato y butilato de litio, sodio, potasio, calcio y bario; cuerpos individuales de elementos tierras raras, antimonio y bismuto, y los óxidos, sulfuros y sales de estos elementos; boro como cuerpo individual y compuestos de boro; los metales de elementos de cobre, elementos de cinc, elementos de aluminio, elementos de carbono y elementos de titanio en la tabla periódica, y los óxidos metálicos y sulfuros de los mismos, y los carburos y nitruros de elementos de carbono diferentes del carbono, elementos de titanio, elementos de vanadio y elementos de cromo, en la tabla periódica. En el caso de que se utilice dicho catalizador, la cantidad utilizada no se encuentra particularmente limitada. El catalizador puede utilizarse en una proporción estequiométrica de 0,0001: 1 a 100: 1 respecto a la cantidad de grupo amino de la amina primaria orgánica. En el caso de que se añada un catalizador, resultará necesario eliminarlo en muchos casos. De esta manera, la reacción se lleva a cabo preferentemente sin adición de catalizadores. En el caso de que se utilice un catalizador, dicho catalizador puede eliminarse después de completarse la reacción.

El tiempo de reacción (que es un tiempo de retención, en el caso de que la reacción sea una reacción continua) es diferente según la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el aparato de reacción o la presión de reacción. Es generalmente de 0,01 a 100 horas. El tiempo de reacción puede determinarse basándose en la cantidad generada de un compuesto de interés. Por ejemplo, se muestra la solución de reacción, después se cuantifica el contenido de un compuesto de interés en la solución de reacción y seguidamente se confirma que se ha alcanzado un rendimiento deseado con respecto a la cantidad utilizada de amina primaria orgánica, de manera que la reacción puede terminarse.

En la reacción, no resulta necesario en todos los casos utilizar un solvente de reacción. Sin embargo, con el fin de facilitar las operaciones de reacción, puede utilizarse un solvente de reacción adecuado. Entre los ejemplos de dicho solvente de reacción que puede utilizarse preferentemente en la presente memoria se incluyen: alcanos, tales como pentano, hexano, heptano, octano, nonano y decano; hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos aromáticos con sustitución de alquilo, tales como benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno y naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como acetonitrilo y benzonitrilo; compuestos aromáticos sustituidos con halógeno o un grupo nitro, tales como clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno y nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno y dibenciltolueno; hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano y etilciclohexano; cetonas, tales como metil etil cetona y acetofenona; ésteres, tales como ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo y butilftalato de bencilo; éteres y tioéteres, tales como tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, éter difenílico y sulfuro de difenilo; compuestos de cetona, tales como acetona y metil etil cetona; compuestos éster, tales como acetato de etilo y benzoato de etilo, y sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido y difenilsulfóxido. Evidentemente también se utiliza preferentemente como solvente de reacción un compuesto hidroxilo, que se utiliza en una cantidad en exceso en la presente reacción. Debe indicarse que compuestos proporcionados como ejemplos específicos en la presente realización pueden presentar isómeros, tales isómeros individuales también se encuentran incluidos en los ejemplos específicos.

(Método (ii))

A continuación, se describe el método (ii).

El método (ii) es un método de hacer reaccionar una amina primaria orgánica, urea y un compuesto hidroxilo mediante etapas que comprenden las etapas (A) y (C) anteriormente indicadas.

A continuación, se describe la etapa (B) en detalle.

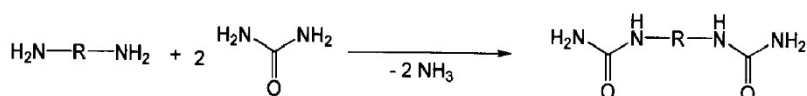
La etapa (B) es una etapa de reacción de una amina primaria orgánica con urea con el fin de obtener una mezcla de reacción que contiene un compuesto que presenta un grupo ureido (este compuesto que presenta un grupo ureido se describe posteriormente). Tal como se indica posteriormente, puede existir un caso en el que se genera un compuesto que presenta un enlace urea, incluso en la etapa (B). El compuesto que presenta el enlace urea obtenido en la etapa (B) también puede utilizarse como compuesto que presenta el enlace urea de la presente realización.

Las condiciones de reacción para llevar a cabo la reacción de la amina primaria orgánica con la urea son diferentes según los tipos de compuesto que deben hacerse reaccionar. El número de grupos urea utilizado es 0,5 a 100 veces superior al número de grupos amino de la amina primaria orgánica utilizada.

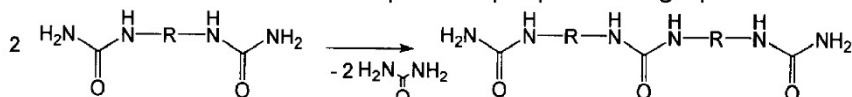
En la etapa (B), la reacción de generación de un compuesto que presenta un grupo ureido es una reacción en la que el equilibrio se encuentra en gran medida en el lado de la generación, o es una reacción irreversible. En la etapa (B), se genera amonio como producto secundario. Se ha revelado que la concentración de amonio en el sistema es poco dependiente del rendimiento de compuesto que presenta un grupo ureido en la reacción de generación del compuesto que presenta el grupo ureido. Por otra parte, en el caso de que se utilice un compuesto hidroxilo como solvente en la etapa (B) (los detalles se indican posteriormente), puede existir el caso en que el compuesto que presenta el grupo ureido reacciona con el compuesto hidroxilo, y en este caso se genera un éster de ácido carbámico N-sustituido como resultado de la disociación del amonio. Sin embargo, debido a que el equilibrio de reacción de generación de dicho éster de ácido carbámico N-sustituido se encuentra en gran medida en el lado de las materias primas, a menos que el amonio generado se elimine para reducir la concentración de amonio, en muchos casos apenas se genera éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, mediante el mantenimiento de la concentración de amonio en la solución de reacción en la etapa (B) a un nivel determinado, la generación del éster de ácido carbámico N-sustituido como resultado de la reacción del compuesto generado que presenta el grupo ureido con el compuesto hidroxilo puede suprimirse, y el compuesto que presenta el grupo ureido puede generarse selectivamente. De acuerdo con lo anterior, la concentración de amonio es preferentemente superior a 10 ppm, más preferentemente superior a 100 ppm, más preferentemente superior a 300 ppm, y particularmente preferentemente superior a 1000 ppm.

La etapa (B) puede llevarse en un intervalo de temperaturas de reacción de 30°C a 250°C. Se aplica preferentemente una temperatura elevada con el fin de incrementar la velocidad de reacción. Por otra parte, existe el caso de que se produce una reacción desfavorable (p.ej., la reacción de descomposición de la urea) a una temperatura elevada y, en consecuencia, se generan derivados de urea sustituidos de manera compleja. De esta manera, la temperatura de reacción se encuentra en un intervalo más preferentemente de 50°C a 200°C, y más preferentemente de 70°C a 180°C. Con el fin de mantener constante la temperatura de reacción, un recipiente de reacción, en el que se lleva a cabo la etapa (B), puede dotarse de un dispositivo de refrigeración y/o dispositivo de calentamiento conocido.

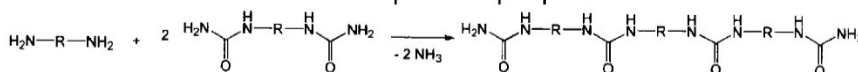
En la etapa (B), como resultado de la reacción representada mediante la fórmula (21) a continuación, además de un compuesto que presenta un grupo ureido, también puede generarse un condensado del compuesto que presenta el grupo ureido o un compuesto que presenta un enlace urea con el compuesto que presenta el grupo ureido (por ejemplo, las fórmulas (22) y (23) a continuación).



Compuesto que presenta grupo ureido (21)



Compuesto que presenta enlace urea (22)



Compuesto que presenta enlace urea (23)

en las que:

R y R', cada uno independientemente, representa un grupo orgánico.

En las fórmulas (21) a (23), anteriormente, se describe el caso de la utilización de una amina primaria orgánica bifuncional para facilitar la explicación. Sin embargo, el método de la presente realización no se encuentra limitado a la utilización de dicha amina primaria orgánica bifuncional. Además, los procedimientos de generación de un compuesto que presenta un grupo ureido, un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto que presenta un enlace urea no se encuentran limitados a las fórmulas anteriores.

La presión de reacción es diferente según el tipo de compuesto utilizado, la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción o el aparato de reacción. En general, la presión de reacción se encuentra comprendida preferentemente en el intervalo de 0,01 kPa a 10 MPa (presión absoluta). Considerando la facilitación de la producción industrial, la presión de reacción se encuentra comprendida más preferentemente dentro del intervalo de 0,1 kPa y 1 MPa (presión absoluta).

El tiempo de reacción (que es un tiempo de retención, en el caso de que la reacción sea una reacción continua) no se encuentra particularmente limitado. Es generalmente de 0,001 a 100 horas, preferentemente de 0,01 a 80 horas, y más preferentemente de 0,1 a 50 horas. Por el contrario, se muestrea la solución de reacción y después se confirma mediante, por ejemplo, cromatografía líquida que se ha generado una cantidad deseada de compuesto que presenta

un grupo ureido, de manera que la reacción pueda terminarse. La etapa (B) es una etapa de producción de un compuesto que presenta un grupo ureido. En el caso de que se encuentren presentes en la etapa (B) grandes cantidades de grupos amino derivados de aminas primarias orgánicas no reaccionadas, puede existir el caso en que se produce una reacción secundaria no predecible en una etapa (C) posterior a la etapa (B). De acuerdo con lo anterior, resulta preferente que, en la etapa (B), se genere un compuesto que presenta un grupo ureido con un rendimiento tan elevado como resulte posible, y que se reduzcan las cantidades de grupos amino derivados de las aminas primarias orgánicas. Específicamente, resulta preferente continuar la reacción hasta que la proporción entre el número de grupos amino derivados de las aminas primarias orgánicas y el número de grupos ureido que constituyen los compuestos que presentan grupos ureido preferentemente alcance 0,25 o menos, más preferentemente 0,1 o menos y todavía más preferentemente 0,05 o menos.

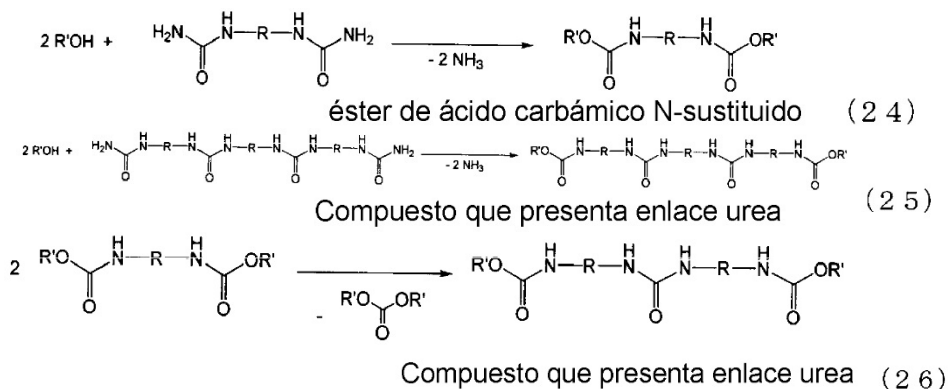
En la presente reacción, puede utilizarse un catalizador, según resulte necesario. Entre los ejemplos de dicho catalizador que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen: compuestos de metal orgánico y compuestos de metal inorgánico, tales como estaño, plomo, cobre y titanio, y catalizadores básicos, tales como los alcoholatos de metales alcalinos y metales alcalino-térreos, que incluyen el metilato, etilato y butilato de litio, sodio, potasio, calcio y bario.

Desde el punto de vista de la reducción de la viscosidad de la solución de reacción y/o de alcanzar una solución de reacción homogénea, la reacción en la etapa (B) preferentemente se lleva a cabo en presencia de un solvente. Entre los ejemplos de dicho solvente de reacción que puede utilizarse preferentemente en la presente memoria se incluyen: alcanos, tales como pentano, hexano, heptano, octano, nonano y decano; hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos aromáticos con sustitución de alquilo, tales como benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno y naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como acetonitrilo y benzonitrilo; compuestos aromáticos sustituidos con halógeno o un grupo nitro, tales como clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno y nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno y dibenciltolueno; hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano y etilciclohexano; cetonas, tales como metil etil cetona y acetofenona; ésteres, tales como ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo y butilftalato de bencilo; éteres y tioéteres, tales como tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, éter difenílico y sulfuro de difenilo; compuestos de cetona, tales como acetona y metil etil cetona; compuestos éster, tales como acetato de etilo y benzoato de etilo, y sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido y difenilsulfóxido; agua, compuestos hidroxilo, tales como alcohol y compuestos hidroxilo aromáticos. Desde el punto de vista de la solubilidad del compuesto que presenta el grupo ureido como producto, el solvente de reacción es preferentemente agua o un compuesto hidroxilo (alcohol o un compuesto hidroxilo aromático). Estos solventes pueden utilizarse individualmente o en forma de una mezcla de dos o más tipos.

El solvente de reacción anteriormente indicado puede utilizarse en cualquier cantidad dada. En el caso de que se utilice un compuesto hidroxilo tal como un solvente de reacción, puede utilizarse en una cantidad 1 a 100 veces, en una proporción estequiométrica, mayor que la cantidad del grupo amino de la amina primaria orgánica. Con el fin de mejorar la fluidez de la solución de reacción y de estimular eficientemente la reacción, preferentemente se utiliza alcohol en una cantidad excesiva con respecto a la cantidad del grupo amino de la amina primaria orgánica. Sin embargo, en el caso de que se utilice una cantidad extremadamente grande alcohol, existe el riesgo de que se requiera un recipiente de reacción grande. De esta manera, el solvente de reacción puede utilizarse en un intervalo de cantidades, más preferentemente 5 a 50 veces, y más preferentemente 8 a 20 veces mayor que la cantidad del grupo amino de la amina primaria orgánica.

El tipo de aparato de reacción utilizado para llevar a cabo la presente invención no se encuentra particularmente limitado y puede utilizarse un recipiente de reacción conocido. Por ejemplo, pueden utilizarse en combinación, según resulte apropiado, recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un recipiente de reacción de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada y un destilador de película delgada. Los materiales utilizados para el recipiente de reacción tampoco se encuentran particularmente limitados. Pueden utilizarse materiales conocidos. Entre los ejemplos del material que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen vidrio, acero inoxidable, acero de carbono, Hastelloy, un material de base revestido de vidrio y un material base recubierto con Teflon (marca comercial registrada). SUS304, SUS316 y SUS316L son económicos y, de esta manera, pueden utilizarse preferentemente. Los aparatos de instrumentación, tales como un caudalímetro y un termómetro, y pueden añadirse aparatos de procesamiento conocidos, tales como un rehervidor, una bomba y un condensador, según resulte necesario. El calentamiento puede llevarse a cabo mediante métodos conocidos, tales como con vapor y un calentador. Para el enfriamiento, pueden utilizarse métodos conocidos, tales como el enfriamiento natural, la utilización de agua de refrigeración y la utilización de solución hipersalina. También pueden añadirse otras etapas, según resulte necesario. Por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos, tales como una etapa de eliminación del amonio generado, una etapa de purificación de la amina primaria orgánica, una etapa de disolución de la urea en el compuesto hidroxilo aromático, una etapa de disolución del compuesto hidroxilo aromático, una etapa de separación del alcohol, una etapa de separación y/o purificación del compuesto hidroxilo aromático, una etapa de purificación del compuesto que presenta el grupo ureido a partir de la solución de reacción generado, o una etapa de incineración o descarta de productos secundarios, en la medida en que aparentemente resultan necesarios en el presente campo técnico.

La etapa posterior (C) es una etapa de reacción del compuesto que presenta el grupo ureido obtenido en la etapa (B) con un compuesto hidroxilo. En la etapa (C), se genera un éster de ácido carbámico N-sustituido como resultado de la reacción representada por la fórmula (24) a continuación y, simultáneamente, también se genera un compuesto que presenta un enlace urea, por ejemplo, como resultado de las reacciones representadas por las fórmulas (25) y (26) a continuación:



10 en las que:
R y R', cada uno independientemente, representa un grupo orgánico.

15 En las fórmulas (24) a (26), anteriormente, se describe el caso de la utilización de una amina primaria orgánica bifuncional para facilitar la explicación. Sin embargo, el método de la presente realización no se encuentra limitado a la utilización de dicha amina primaria orgánica bifuncional. Además, los procedimientos de generación de un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto que presenta un enlace urea no se encuentran limitados a las fórmulas anteriores.

20 En el caso de que se utilice un solvente de reacción en la etapa (B), el solvente de reacción puede eliminarse de la solución de reacción de la etapa (B) antes de llevar a cabo la etapa (C), o la etapa (C) puede llevarse a cabo directamente sin eliminar el solvente de reacción. En el caso de que el solvente de reacción utilizado en la etapa (B) sea diferente del compuesto hidroxilo en la etapa (C), puede añadirse nuevamente un compuesto hidroxilo y seguidamente puede llevarse a cabo la etapa (C).

25 Las condiciones de reacción para hacer reaccionar un compuesto que presenta un grupo ureido con un compuesto hidroxilo en la etapa (C) son diferentes dependiendo de los tipos de compuestos que deben hacerse reaccionar. El compuesto hidroxilo se utiliza en una proporción estequiométrica de 1: 1 a 500: 1 según el número de grupos ureido en el compuesto utilizado que presenta los grupos ureido. Con el fin de garantizar la solubilidad del compuesto que presenta el grupo ureido y un producto, se utiliza preferentemente una cantidad muy en exceso de compuesto hidroxilo. Sin embargo, en el caso de que se considere el tamaño del recipiente de reacción, el compuesto hidroxilo se utiliza en una proporción estequiométrica de preferentemente 1: 1 a 100: 1, más preferentemente de 2: 1 a 50: 1, y más preferentemente de 3: 1 a 20: 1.

35 La temperatura de reacción depende de los tipos de compuesto que deben utilizarse, y preferentemente es un intervalo de temperaturas de 100°C a 350°C. En el caso de que la temperatura de reacción sea de 100°C o superior, la unión fuerte del compuesto hidroxilo al amonio generado como producto secundario puede suprimirse y, de esta manera, avanza favorablemente una reacción deseada. Además, puede suprimirse la generación de un compuesto carbonilo de sustitución complicada. Por otra parte, en el caso de que la temperatura de reacción sea de 350°C o inferior, puede suprimirse la descomposición de la urea o la deshidrogenación del compuesto hidroxilo. Desde este punto de vista, la temperatura de reacción se encuentra comprendida más preferentemente en el intervalo de 120°C a 320°C, y más preferentemente en el intervalo de 140°C a 300°C.

45 La presión de reacción es diferente según la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el método de eliminación del amonio o el aparato de reacción. En general, la presión de reacción se encuentra comprendida preferentemente en el intervalo de 0,01 kPa a 10 MPa (presión absoluta). Considerando la facilitación de la producción industrial, la presión de reacción se encuentra preferentemente comprendida dentro del intervalo de 0,1 Pa y 5 MPa (presión absoluta). Considerando la eliminación del amonio gaseoso del sistema de reacción, la presión de reacción se encuentra más preferentemente en el intervalo de 0,1 Pa a 1,5 MPa (presión absoluta).

50 En la reacción de la etapa (C), se genera amonio como producto secundario en muchos casos. De esta manera, preferentemente se lleva a cabo la reacción, eliminando simultáneamente dicho amonio del sistema de reacción. Preferentemente, se elimina amonio de manera que la concentración del amonio en la solución de reacción alcanza preferentemente 1000 ppm o menos, más preferentemente 300 ppm o menos, todavía más preferentemente 100 ppm o menos, y particularmente preferentemente 10 ppm o menos. Como método de eliminar el amonio, puede aplicarse

un método de reacción por destilación, un método que utiliza un gas inerte, la separación con membrana, o un método que implica la separación adsortiva. Por ejemplo, el método de destilación de reacción es un método de separación de amonio, que se ha generado sucesivamente como resultado de la reacción, en un estado gaseoso mediante destilación. Con el fin de incrementar la eficiencia de destilación del amonio, puede llevarse a cabo destilación, sometiéndolo a ebullición simultáneamente el solvente o el compuesto hidroxilo. Además, el método que utiliza gas inerte es un método del amonio acompañante generado sucesivamente como resultado de la reacción en un estado gaseoso con gas inerte para separar el amonio del sistema de reacción. Resulta preferente un método de utilización de gas inerte, tal como nitrógeno, helio, argón, dióxido de carbono, metano, etano o propano, individualmente o en combinación, y de introducción del gas inerte en el sistema de reacción. Estos métodos de eliminación de amonio del sistema de reacción pueden aplicarse, individualmente o en combinación con múltiples tipos de métodos.

En la presente reacción, con el fin de incrementar la velocidad de reacción, puede utilizarse, por ejemplo, un catalizador. Por ejemplo, puede utilizarse los catalizadores ejemplificados en la etapa (A), anteriormente. En el caso de que se utilice dicho catalizador, la cantidad utilizada no se encuentra particularmente limitada. El catalizador puede utilizarse en una proporción estequiométrica de 0,0001: 1 a 100: 1 basándose en la cantidad de grupo ureido del compuesto que presenta grupo ureido.

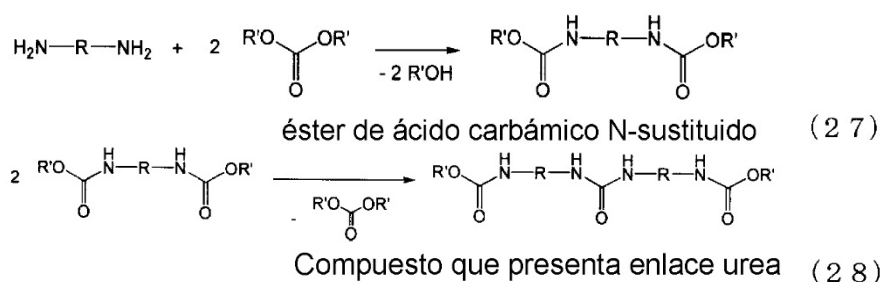
El tiempo de reacción (que es un tiempo de retención, en el caso de que la reacción sea una reacción continua) es diferente según la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el método de eliminación del amonio, el aparato de reacción o la presión de reacción. Es generalmente de 0,01 a 100 horas. El tiempo de reacción puede determinarse basándose en la cantidad generada de un compuesto de interés. Por ejemplo, se muestrea la solución de reacción, después se cuantifica el contenido de un compuesto de interés en la solución de reacción y seguidamente se confirma que puede alcanzarse un rendimiento deseado, de manera que la reacción puede terminarse.

En la reacción, no resulta necesario en todos los casos utilizar un solvente de reacción. Sin embargo, con el fin de facilitar las operaciones de reacción, puede utilizarse un solvente de reacción adecuado. Como tales solventes de reacción, pueden utilizarse los ejemplificados en la etapa (A), anteriormente.

El aparato de reacción utilizado para llevar a cabo la presente reacción y el material de la misma no se encuentran particularmente limitados. Pueden utilizarse los ejemplificados en la etapa (A).

(Método (2))

A continuación, se describe el método (2), que comprende utilizar el éster de ácido carbónico representado mediante la fórmula (8), anteriormente, como derivado de ácido carbónico y hacer reaccionar una amina primaria orgánica con el éster de ácido carbónico para producir un compuesto que presenta un enlace urea. En el método (2), por ejemplo, se genera un éster de ácido carbónico N-sustituido como resultado de una reacción representada mediante la fórmula (27) a continuación y, simultáneamente, se genera un compuesto que presenta un enlace urea como resultado de la reacción representada mediante la fórmula (28) a continuación:



en las que:
R y R', cada uno independientemente, representa un grupo orgánico.

En las fórmulas (27) a (28), anteriormente, se describe el caso de la utilización de una amina primaria orgánica bifuncional para facilitar la explicación. Sin embargo, el método de la presente realización no se encuentra limitado a la utilización de dicha amina primaria orgánica bifuncional. Además, los procedimientos de generación de un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto que presenta un enlace urea no se encuentran limitados a las fórmulas anteriores.

Las condiciones de reacción son diferentes dependiendo de los tipos de compuestos que deben hacerse reaccionar. El éster de ácido carbónico se utiliza en una proporción estequiométrica de 1,1:1 a 1000:1 respecto al grupo amino de la amina primaria orgánica. Con el fin de incrementar la velocidad de reacción para completar la reacción en una etapa temprana, se utiliza preferentemente una cantidad excesiva del éster de ácido carbónico respecto al grupo amino de la amina primaria orgánica. Considerando el tamaño del recipiente de reacción, se utiliza el éster de ácido carbónico

en una proporción estequiométrica más preferentemente de 2:1 a 100:1, y más preferentemente de 2,5:1 a 30:1 respecto al grupo amino de la amina primaria orgánica. La temperatura de reacción se encuentra generalmente en un intervalo de entre una temperatura ordinaria (20°C) y 200°C. Preferentemente se aplica una temperatura elevada con el fin de incrementar la velocidad de reacción. Por otra parte, existe el caso de que se produce una reacción desfavorable a temperatura elevada. De esta manera, la temperatura de reacción preferentemente se encuentra en un intervalo de 50°C a 150°C. Con el fin de mantener constante la temperatura de reacción, el recipiente de reacción anteriormente indicado puede dotarse de un dispositivo de refrigeración y/o dispositivo de calentamiento conocido. La presión de reacción es diferente según los tipos de compuesto utilizados o la temperatura de reacción. Puede ser cualquiera de entre una presión reducida, una presión ordinaria y una presión comprimida, y generalmente se encuentra en un intervalo de 20 a 1x10⁶ Pa. El tiempo de reacción (que es un tiempo de retención, en el caso de que la reacción sea una reacción continua) no se encuentra particularmente limitado. Es generalmente de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas, y más preferentemente de 0,1 a 5 horas. Por el contrario, también resulta posible que la solución de reacción se analice, que se confirme entonces que la cantidad del éster de ácido carbámico N-sustituido generado y/o la cantidad del compuesto que presenta el enlace urea generado se encuentren en los intervalos deseados, y que la reacción seguidamente se ha terminado.

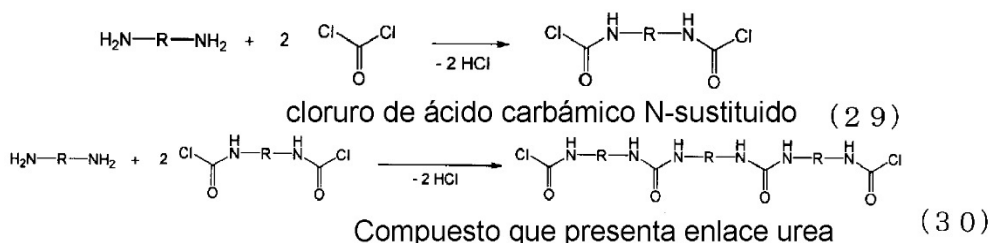
En la presente reacción, puede utilizarse un catalizador, según resulte necesario. Entre los ejemplos de dicho catalizador que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen: compuestos de metal orgánico y compuestos de metal inorgánico, tales como estaño, plomo, cobre y titanio, y catalizadores básicos, tales como los alcoholatos de metales alcalinos y metales alcalino-térreos, que incluyen el metilato, etilato y butilato de litio, sodio, potasio, calcio y bario.

En la presente reacción, no resulta necesario en todo caso utilizar un solvente de reacción. Sin embargo, con el fin de facilitar las operaciones de reacción, puede utilizarse un solvente de reacción adecuado. Pueden utilizarse los mismos solventes que los ejemplificados en la etapa (A) anteriormente descrita. Además, el éster de ácido carbónico utilizado en cantidad en exceso respecto al grupo amino del compuesto amina preferentemente se utiliza como solvente en la presente reacción.

El tipo de aparato de reacción utilizado para llevar a cabo la presente invención no se encuentra particularmente limitado y puede utilizarse un recipiente de reacción conocido. Por ejemplo, pueden utilizarse en combinación, según resulte apropiado, recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un recipiente de reacción de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada y un destilador de película delgada. Los materiales utilizados para el recipiente de reacción tampoco se encuentran particularmente limitados. Pueden utilizarse materiales conocidos. Entre los ejemplos del material que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen vidrio, acero inoxidable, acero de carbono, Hastelloy, un material de base revestido de vidrio y un material base recubierto con Teflon (marca comercial registrada).

(Método (3))

A continuación, se describe el método (3), que comprende utilizar un fosgeno como derivado de ácido carbónico y hacer reaccionar una amina primaria orgánica con el fosgeno para producir un compuesto que presenta un enlace urea. En el método (3), se genera un cloruro de ácido carbámico N-sustituido como resultado de la reacción representada mediante la fórmula (29) tal como se muestra posteriormente, y simultáneamente, se genera un compuesto que presenta un enlace urea como resultado de la reacción representada por la fórmula (30), mostrada posteriormente, por ejemplo. Además, también existe el caso en el que coexiste un isocianato generado por la pirólisis del cloruro de ácido carbámico N-sustituido.



en las que:
R y R', cada uno independientemente, representa un grupo orgánico.

En las fórmulas (29) y (30), anteriormente, se describe el caso de la utilización de una amina primaria orgánica bifuncional para facilitar la explicación. Sin embargo, el método de la presente realización no se encuentra limitado a la utilización de dicha amina primaria orgánica bifuncional. Además, los procedimientos de generación de un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto que presenta un enlace urea no se encuentran limitados a las fórmulas anteriores.

5 Como amina primaria orgánica, puede utilizarse, por ejemplo, la amina primaria orgánica representada por la fórmula (5), anteriormente. La amina primaria orgánica puede utilizarse en forma de una amina libre, o puede convertirse en una sal con ácido orgánico o ácido inorgánico, antes de someterla a la reacción con un fosgeno. Entre los ejemplos de dicha sal se incluyen carboxilato, carbonato e hidrocloreuro.

10 El fosgeno se utiliza en forma de una mezcla de un fosgeno y un solvente. El tipo de solvente utilizado en la presente memoria no se encuentra particularmente limitado, con la condición de que sea inactivo en un fosgeno, un cloruro de ácido carbámico N-sustituido y un isocianato en forma de un producto descompuesto del cloruro de ácido carbámico N-sustituido. Entre los ejemplos específicos de dicho solvente se incluyen: solventes a base de éster, tales como formato de amilo, acetato de n-butilo, acetato de n-amilo, acetato de metilisoamilo, acetato de metoxibutilo, acetato de 2-etilbutilo, acetato de 2-etilhexilo, acetato de ciclohexilo, acetato de metilciclohexilo, acetato de bencilo, propionato de etilo, propionato de n-butilo, propionato de isoamilo, estearato de butilo, salicilato de metilo, ftalato de dimetilo y benzoato de metilo; solventes aromáticos, tales como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, diclorobenceno, 15 triclorobenceno, nitrobenceno, naftaleno, cloronaftaleno y dicloronaftaleno, y sus mezclas. Considerando el tiempo y trabajo necesario para la recuperación de dicho solvente, el solvente utilizado en la presente memoria es más preferentemente idéntico al solvente de reacción mencionado posteriormente.

20 El fosgeno licuado puede utilizarse en la reacción, directamente o después de la regasificación. La concentración de oxígeno en materias primas diferentes del fosgeno utilizado en la presente realización es preferentemente de 0,1% en peso o inferior. De esta manera, la cantidad de alquitrán generada como producto secundario puede reducirse y, de esta manera, puede llevarse a cabo una reacción de isocianatación con un rendimiento elevado, mientras que el producto de reacción prácticamente no se colorea. Como método de eliminación del oxígeno respecto de una amina primaria orgánica y/o una sal de la amina primaria orgánica, o de un solvente de reacción, puede aplicarse un método que comprende soplar gas inerte, tal como nitrógeno, en ellas y sustituir el oxígeno disuelto en ellas por el gas inerte. 25 Por el contrario, por ejemplo, se suministra en exceso un fosgeno o una solución que contiene dicho fosgeno, que contiene oxígeno a una concentración de 0,1% en peso o menos, al sistema de reacción desde la etapa inicial de la reacción, de manera que el oxígeno disuelto contenido en la amina primaria orgánica, una sal de la amina primaria orgánica, o una materia prima utilizada, puede eliminarse, junto con fosgeno no reaccionado, del sistema de reacción.

30 La temperatura de reacción es preferentemente de 10°C a 300°C, más preferentemente de 30°C a 250°C, y todavía más preferentemente de 50°C a 200°C. La presión de reacción puede ser una presión reducida, una presión atmosférica o una presión comprimida.

35 Como solventes de reacción, pueden utilizarse los mismos solventes que los indicados anteriormente utilizados para disolver el fosgeno. Más preferentemente, pueden utilizarse solventes de los mismos tipos que los solventes anteriormente indicados utilizados para disolver el fosgeno. Considerando la solubilidad de un compuesto de materia prima y un producto y la fácil manipulabilidad, preferentemente se utiliza clorobenceno, ortodichlorobenceno y acetato de isoamilo.

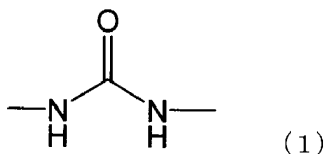
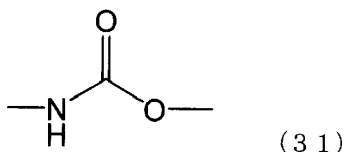
40 La cantidad del solvente utilizado es diferente según los tipos de compuestos que deben utilizarse y las condiciones de reacción. El solvente se utiliza en una proporción estequiométrica de preferentemente 1: 1 a 200: 1 respecto a una amina primaria orgánica y una sal de la amina primaria orgánica. Considerando el tamaño de un recipiente de reacción y la solubilidad, el solvente se utiliza en una proporción estequiométrica, más preferentemente de 2: 1 a 50: 1, y más preferentemente de 5: 1 a 30: 1 respecto a una amina primaria orgánica y una sal de la amina primaria orgánica. 45

50 La fase de reacción puede ser un sistema homogéneo o un sistema heterogéneo (una suspensión). Puede aplicarse un método de mantener constante la temperatura de reacción en el sistema y de llevar a cabo la reacción de isocianatación, suministrando simultáneamente fosgeno gaseoso o líquido y/o una mezcla de fosgeno y un solvente al sistema de reacción.

55 El tipo de aparato de reacción utilizado para llevar a cabo la presente reacción no se encuentra particularmente limitado y puede utilizarse un recipiente de reacción conocido. Por ejemplo, pueden utilizarse en combinación, según resulte apropiado, recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un recipiente de reacción de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada y un destilador de película delgada.

< Copolímero de poliuretano-urea >

60 Como compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1) anterior, puede utilizarse un copolímero de poliuretano-urea. El copolímero de poliuretano-urea utilizado en la presente realización es preferentemente un compuesto polímero que comprende por lo menos una unidad repetitiva que contiene un grupo uretano representado por la fórmula (31), a continuación, y por lo menos una unidad repetitiva que contiene un enlace urea representado por la fórmula (1), a continuación:



5 El copolímero de poliuretano-urea puede consistir en todas las moléculas de cadena lineal, o puede comprender moléculas de cadena lineal y algunas moléculas ramificadas. Considerando la fluidez necesaria para suministrar el copolímero desde el puerto de suministro A posteriormente mencionado a la columna de reacción-destilación, y la compatibilidad con un compuesto hidroxilo, resultan preferentes las moléculas que presentan un número pequeño de cadenas ramificadas. En el caso de que el grado de las cadenas ramificadas en las moléculas de polímero se indica con una valencia media de grupos funcionales, es preferentemente de 1,7 a 2,3, más preferentemente de 1,8 a 2,2, y particularmente preferentemente 1,9 a 2,1.

15 Resulta difícil explicar específicamente la estructura del copolímero de poliuretano-urea. El copolímero de poliuretano-urea es un polímero producido mediante la reacción de por lo menos un ingrediente isocianato, por lo menos un ingrediente diamina y/o un ingrediente aminoalcohol.

Entre los ejemplos del ingrediente polioliol que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen:

20 dioles, tales como etilenglicol, propilen-1,2-glicol, propilen-1,3-glicol, butano-1,4-diol, butano-2,3-diol, dietilenglicol, trietilenglicol, hexano-1,6-diol, octano-1,8-diol, neopentilglicol, 2-metil-1,3-propanodiol y hidroxipivalato de neopentilglicol, y polioles, en los que el número de grupos OH en una única molécula es de 3 o superior, tal como trimetilolpropano, glicerol, eritritol, pentaeritritol, trimetilolbenceno e isocianurato de trishidroxietilo.

25 Además, los ingredientes macropoliol siguientes también pueden utilizarse como ingredientes diol.

Como el ingrediente macropoliol, se utiliza preferentemente por lo menos un ingrediente macropoliol seleccionado del grupo que consiste en poliéter-poliol, policarbonato de polioliol y poliéster-poliol.

30 Un ejemplo de dicho poliéter-poliol es un poliéter que contiene hidroxilo, que se prepara, por ejemplo, mediante polimerización de éteres cíclicos en presencia de BF_3 o un catalizador básico, o preparando una mezcla de dicho compuesto cíclico y un ingrediente iniciador que contiene átomos de hidrógeno reactivos, o llevando a cabo sucesivamente una reacción de adición de ellos.

35 Entre los ejemplos del éter cíclico anteriormente indicados se incluyen óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, tetrahidrofurano, óxido de estireno y epoclorohidrina. Entre los ejemplos del ingrediente iniciador que contiene átomos de hidrógeno reactivos se incluyen alcohol y amina o aminoalcohol, tales como agua, etilenglicol, propilen-1,2-glicol o propilen-1,3-glicol.

40 De estas sustancias, resultan preferentes el óxido de etileno, el óxido de propileno, el tetrahidrofurano y un poliéter basado en una mezcla de dichos éteres cíclicos.

45 El policarbonato de polioliol preferentemente se obtiene mediante la reacción de un derivado de ácido carboxílico con polioliol.

Entre los ejemplos del derivado de ácido carboxílico anteriormente descritos se incluyen carbonato de difenilo, carbonato de dimetilo y fosgeno. El polioliol anteriormente descrito es preferentemente diol. Entre los ejemplos de dicho diol se incluyen etilenglicol, 1,2- y 1,3-propanodiol, 1,3- y 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,8-octanodiol, neopentilglicol, 1,4-bishidroximetilciclohexano, 2-metil-1,3-propanodiol, 2,2,4-trimetilpentano-1,3-diol, di-, tri- o tetraetilenglicol, dipropilenglicol, polipropilenglicol, dibutilenglicol, polibutilenglicol, bisfenol A, tetrabromobisfenol A y diol modificado con lactona.

55 El poliéster-polioliol preferentemente es un producto de reacción a partir de la reacción de alcohol polihídrico (preferentemente, alcohol divalente) con ácido policarboxílico polibásico (preferentemente dibásico).

El ácido policarboxílico puede ser ácido policarboxílico alifático, alicíclico, aromático y/o heterocíclico. En un caso

apropiado, el ácido policarboxílico puede sustituirse con, por ejemplo, un átomo de halógeno y/o puede ser insaturado. Entre otros, resultan preferentes los ácidos dicarboxílicos alifáticos y alicíclicos. Entre los ejemplos específicos se incluyen ácido succínico, ácido adipico, ácido azelaico, ácido sebáico, ácido ftálico, ácido tetracloroftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido hexahidroftálico, ácido ciclohexanodicarboxílico, ácido itacónico, ácido glutárico, ácido subérico, ácido 2-metilsuccínico, ácido 3,3-dietilglutárico, ácido 2,2-dimetilsuccínico, ácido maleico, ácido malónico, ácido fumárico y tereftalato de dimetilo. Además, en el caso de que se encuentre presente un anhídrido de ácido, puede utilizarse de la misma manera. Entre los ejemplos de dicho anhídrido de ácido se incluyen anhídrido maleico, anhídrido ftálico, anhídrido tetrahidroftálico, anhídrido glutárico, anhídrido hexahidroftálico y anhídrido tetracloroftálico.

El alcohol polihídrico utilizado es preferentemente diol. Entre los ejemplos preferentes de dicho diol se incluyen etilenglicol, propilén-1,2-glicol, propilén-1,3-glicol, butanol-1,4-diol, butano-2,3-diol, dietilenglicol, trietilenglicol, hexano-1,6-diol, octano-1,8-diol, neopentilglicol, 2-metil-1,3-propanodiol e hidroxipivalato de neopentilglicol. También resulta posible utilizar poliéster-diol generado a partir de lactona, por ejemplo a partir de ϵ -caprolactona.

Entre los ejemplos del poliol que pueden utilizarse en la presente memoria se incluyen trimetilolpropano, glicerol, eritritol, pentaeritritol, trimetilolbenceno e isocianurato de trishidroxietilo. De ellos, preferentemente se utiliza poliéter-poliol, y particularmente preferentemente se utiliza poliéter-diol.

Como ingredientes isocianato, puede utilizarse la totalidad de los isocianatos aromáticos, aromáticos-alifáticos, alifáticos y alicíclicos, que preferentemente presentan una valencia NCO media de 2 o superior, con independencia de si se producen mediante un método que utiliza fosgeno o un método que no utiliza fosgeno. Además, el isocianato puede comprender las estructuras de iminooxadiazindiona, isocianurato, uretdiona, uretano, alofanato, biuret, urea, oxadiazintrona, oxazolidinona, acil-urea y/o carbodiimida.

Entre los ejemplos de un compuesto preferente como ingrediente isocianato se incluyen los compuestos isocianato anteriormente indicados que presentan los grupos NCO unidos alifática y/o alicíclicamente, tales como éter bis(isocianatoalquílico), bis- y tris-(isocianatoalquil)benzeno, tolueno y xileno, diisocianato de propano, diisocianato de butano, diisocianato de pentano, diisocianato de hexano, diisocianato de heptano, diisocianato de octano, diisocianato de nonano, triisocianato de nonano, diisocianato de decano, triisocianato de decano, diisocianato de undecano, triisocianato de undecano, diisocianato de dodecano, triisocianato de dodecano, 1,3- y 1,4-bis(isocianatometil)ciclohexano (H_6XDI), isocianato de 3-isocianatometil-3,5,5-trimetilciclohexilo (diisocianato de isoholon, IPDI), bis(4-isocianatociclohexil)metano ($H_{12}MDI$) y bis(isocianatometil)norborno (NBDI). De ellos, entre los ejemplos preferentes del ingrediente isocianato se incluyen diisocianato de hexametileno (HDI), trimetil-HDI (TMDI), 2-metilpentano-1,5-diisocianato (MPDI), diisocianato de isoholon (IPDI), 1,3- y 1,4-bis(isocianatometil)ciclohexano (H_6XDI), bis(isocianatometil) norbornano (NBDI), isocianato de 3(4)-isocianatometil-1-metilciclohexilo (IMCI) y/o 4,4'-bis(isocianatociclohexil)metano ($H_{12}MDI$).

Una proporción entre el ingrediente isocianato y el ingrediente poliol en la producción del copolímero de poliuretano-urea es preferentemente de 1,0 a 4,0, más preferentemente de 1,2 a 3,8, y particularmente preferentemente de 1,5 a 3,5, en la proporción de cantidades estequiométricas de ingrediente isocianato/cantidad estequiométrica del ingrediente poliol.

Entre los ejemplos del ingrediente diamina se incluyen hidrazina, 1,2-etilendiamina, 1,2- y 1,3-diaminopropano, 1,4-diaminobutano, 1,6-diaminohexano, isoholondiamina, una mezcla isomérica de 2,2,4- y 2,4,4-trimetilhexametildiaminas, 2-metilpentametildiamina, dietilentriamina, 1,3- y 1,4-xililendiaminas, $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametil-1,3- y - 1,4-xililendiamina y 4,4'-diaminodiciclohexilmetano, dimetilendiamina, 1,4-bis(aminometil)ciclohexano, 4,4'-diamino-3,3'-dimetildiciclohexilmetano y otros (C1-C4) di- y tetraalquildiciclohexilmetanos, tales como 4,4'-diamino-3,5-dietil-3',5'-diisopropildiciclohexilmetano.

Entre los ejemplos del ingrediente aminoalcohol se incluyen N-aminoetiletanolamina, etanolamina, 3-aminopropanol y neopentanolamina.

Una proporción del ingrediente diamina y el ingrediente aminoalcohol a ingrediente poliol en la producción del copolímero de poliuretano-urea es preferentemente de 0,05 a 3,0, más preferentemente de 0,1 a 2,0, y particularmente preferentemente de 0,2 a 1,5, a la proporción de cantidad estequiométrica de ingrediente diamina + la cantidad estequiométrica del ingrediente aminoalcohol / la cantidad estequiométrica del ingrediente poliol.

El copolímero de poliuretano-urea puede comprender agentes comunes para la adición para mejorar la apariencia o las propiedades físicas, tales como un agente colorante, un aditivo y un relleno.

< Compuesto hidroxil: alcohol >

Entre los ejemplos del compuesto hidroxil utilizado en la presente realización se incluyen alcohol y un compuesto hidroxil aromático.

< Alcohol >

Según la definición de la IUPAC (regla C-201), alcohol es “un compuesto en el que un grupo hidroxilo se une a un átomo de carbono saturado (compuestos en los que un grupo hidroxilo, -OH, se encuentra unido a un átomo de carbono saturado: R_3COH)”, y es un compuesto hidroxilo representado mediante la fórmula (32) a continuación:



en la que:

R^{14} representa un grupo alifático que contiene 1 a 50 átomos de carbono sustituidos con un número 'f' de grupos hidroxilo, o un grupo alifático que contiene 7 a 50 átomos de carbono a los que se une un grupo aromático; el grupo OH del alcohol representado mediante la fórmula (32) es un grupo OH que no se une a un grupo aromático,

y 'f' representa un número entero entre 1 y 5.

Sin embargo, R^{14} es un grupo que no presenta ningún hidrógeno activo diferente de grupos hidroxilo.

En la explicación anterior, se utiliza la expresión “hidrógeno activo”. La expresión “hidrógeno activo” se utiliza para referirse a un átomo de hidrógeno (excluyendo un grupo hidroxilo aromático) que se une a un átomo de oxígeno, un átomo de azufre, un átomo de nitrógeno o un átomo de silicio, y un átomo de hidrógeno de un grupo metino terminal. Por ejemplo, es 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 y un grupo -C≡CH.

El grupo hidroxilo (grupo -OH) también es hidrógeno activo. Aunque el grupo hidroxilo también se encuentra contenido en compuestos o materias primas de reacción utilizadas en la presente realización, el grupo hidroxilo no presenta efectos dañinos. De esta manera, a menos que se indique lo contrario, el grupo hidroxilo está excluido de grupos que contienen hidrógeno activo. La expresión “hidrógeno activo” se utiliza con frecuencia en otros sitios en la presente realización. En dichos casos, se aplica la definición anteriormente indicada.

Entre los ejemplos del R^{14} se incluyen un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un grupo octilo, un grupo nonilo, un grupo decilo, un grupo dodecilo, un grupo octadecilo, ciclopentano, ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, metilciclopentano, etilciclopentano, metilciclohexano, etilciclohexano, propilciclohexano, butilciclohexano, pentilciclohexano, hexilciclohexano, dimetilciclohexano, dietilciclohexano y dibutilciclohexano.

Entre los ejemplos específicos de alcohol que presentan dicho R^{14} se incluyen metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, nonanol, decanol, dodecanol, octadecanol, ciclopentanol, ciclohexanol, cicloheptanol, ciclooctanol, metilciclopentanol, etilciclopentanol, metilciclohexanol, etilciclohexanol, propilciclohexanol, butilciclohexanol, pentilciclohexanol, hexilciclohexanol, dimetilciclohexanol, dietilciclohexanol y dibutilciclohexanol.

Entre otros ejemplos de R^{14} se incluyen un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo, un grupo fenilpropilo, un grupo fenilbutilo, un grupo fenilpentilo, un grupo fenilhexilo, un grupo fenilheptilo, un grupo feniloctilo y un grupo fenilnonilo.

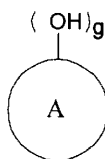
Entre los ejemplos específicos de alcohol que presentan dicho R^{14} se incluyen fenilmetanol, feniletanol, fenilpropanol, fenilbutanol, fenilpentanol, fenilhexanol, fenilheptanol, feniloctanol y fenilnonanol.

Considerando el uso industrial, entre los alcoholes anteriormente indicados, resulta preferente un alcohol que presenta uno o dos grupos hidroxilo alcohólicos (grupos hidroxilo añadidos directamente a átomos de carbono diferentes de un anillo aromático, que constituyen un compuesto hidroxilo) debido a que presenta baja viscosidad. Resulta más preferente un monoalcohol que presenta un grupo hidroxilo alcohólico.

Desde el punto de vista de la fácil disponibilidad y la solubilidad de una materia prima y un producto en la misma, entre estos alcoholes, se utiliza preferentemente alcohol alquílico que contiene 1 a 20 átomos de carbono.

< Compuesto hidroxilo aromático >

El compuesto hidroxilo utilizado en la presente realización puede ser un compuesto hidroxilo aromático. Según la definición de la IUPAC (regla C-202), la expresión “compuesto hidroxilo aromático” se utiliza para referirse a fenoles (“compuestos que presentan uno o más grupos hidroxilo unidos a un anillo benceno u otro anillo areno”). Es un compuesto hidroxilo aromático representado mediante la fórmula (33) a continuación:



(33)

en la que:

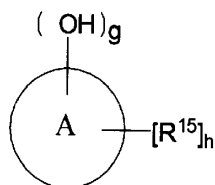
- 5 el anillo A representa un grupo orgánico que contiene 6 a 50 átomos de carbono, que contiene un grupo aromático sustituido con un número g de grupos hidroxilo en cualquier posición en la que se mantiene aromaticidad, y puede ser un único anillo, múltiples anillos o un anillo heterocíclico, o también puede sustituirse con otro sustituyente, y g representa un número entero entre 1 y 6.
- 10 El anillo A está configurado preferentemente para contener por lo menos una estructura seleccionada del grupo que consiste en un anillo benceno, un anillo naftaleno y un anillo antraceno. El anillo A está más preferentemente configurado para contener un anillo de benceno.

15 Tal como se ha indicado anteriormente, la expresión "hidrógeno activo" se utiliza para referirse a un átomo de hidrógeno (excluyendo un grupo hidroxilo aromático) que se une a un átomo de oxígeno, un átomo de azufre, un átomo de nitrógeno, o un átomo de silicio, y un átomo de hidrógeno de un grupo metino terminal. Por ejemplo, es un 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 y un grupo -C≡CH. El grupo hidroxilo aromático (un grupo -OH unido directamente a un anillo aromático) también es hidrógeno activo. Aunque el grupo hidroxilo aromático también se encuentra contenido en compuestos o materias primas de reacción utilizadas en la presente realización, el grupo hidroxilo aromático no presenta efectos dañinos. De esta manera, el grupo hidroxilo aromático se encuentra excluido de grupos que contienen hidrógeno activo.

25 El grupo hidroxilo unido al grupo aromático del anillo A se refiere a un grupo hidroxilo unido al átomo de carbono del grupo aromático del anillo A. El número de grupos hidroxilo es un número entero entre 1 y 6, preferentemente entre 1 y 3, más preferentemente de 1 o 2, y más preferentemente de 1 (es decir, g=1).

Además, el grupo hidroxilo utilizado en la presente realización es preferentemente un compuesto hidroxilo aromático representado mediante la fórmula (34) a continuación:

30



(34)

en la que:

35 el anillo A representa un anillo aromático seleccionado de un anillo benceno, un anillo naftaleno y un anillo antraceno; R¹⁵ representa un grupo sustituido en cualquier posición dada en la que se mantiene la aromaticidad del anillo A; g representa un número entero entre 1 y 6; h representa un número entero de 6 - g en el caso de que el anillo A sea un anillo benceno, o un número entero igual a 8 - g en el caso de que el anillo A sea un anillo naftaleno, o un número entero igual a 10 - g en el caso de que el anillo sea un anillo antraceno.

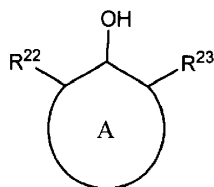
40 En la fórmula (34), el grupo OH se sustituye en cualquier posición dada en la que se mantiene la aromaticidad. Además, en el caso de una pluralidad de R¹⁵, los R¹⁵ pueden, cada uno independientemente, sustituirse con el anillo A, o la pluralidad de R¹⁵ se unen entre sí formando un anillo junto con el anillo A. El R¹⁵ es, por ejemplo, un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (éter alquilico y/o éter arílico y/o éter aralquilico sustituido y/o no sustituido) y/o un grupo al que se une uno o más grupos seleccionados del grupo anteriormente indicado, y/o un grupo seleccionado de grupos constituidos de grupos, al que se une uno o más grupos seleccionados de los grupos anteriormente indicados, mediante un enlace alifático saturado y/o un enlace éter. El número total de átomos de carbono en el anillo A y R¹⁵ es preferentemente un número entero entre 6 y 50. El grupo arilo opcionalmente presenta un grupo hidroxilo.

50 Tal como se ha indicado anteriormente, R¹⁵ puede unirse cíclicamente al anillo A mediante un enlace carbono-carbono y/o un enlace éter.

55 Entre los ejemplos específicos de dicho compuesto hidroxilo aromático se incluyen: fenoles monosustituidos, tales como fenol, metilfenol, etilfenol, propilfenol, butilfenol, pentilfenol, hexilfenol, octilfenol, nonilfenol, fenoxifenol, fenilfenol,

bencilfenol y cumilfenol; fenoles disustituídos, tales como dimetilfenol, dietilfenol, dipropilfenol, dibutilfenol, dipentilfenol, dihexilfenol, dioctilfenol, dinonilfenol, difenoxifenol, difenilfenol, dibencilfenol y dicumilfenol; fenoles trisustituídos, tales como trimetilfenol, trietilfenol, tripropilfenol, tributilfenol, tripentilfenol, trihexilfenol, trioctilfenol, trinonilfenol, trifenoxifenol, trifenilfenol, tribencilfenol y tricumilfenol, y naftol.

5 Un compuesto hidroxil aromático más preferente es un compuesto hidroxil aromático representado por la fórmula (35) a continuación:



(35)

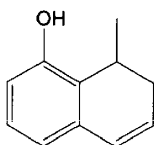
10 en la que:

el anillo A representa un anillo hidrocarburo aromático que presenta opcionalmente un sustituyente, y puede ser un único anillo o múltiples anillos,

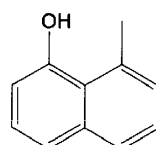
15 R^{22} y R^{23} , cada uno independientemente, representan cualquier grupo definido en (i) a (v) a continuación, el número de átomos de carbono que constituyen el compuesto hidroxil aromático es un número entero entre 6 y 50, y además

R^{22} y R^{23} pueden unirse al anillo A para formar una estructura anular:

- 20 (i) un átomo de hidrógeno,
 (ii) un átomo de halógeno,
 (iii) un grupo que contiene 1 a 44 átomos de carbono, en el que el átomo en la posición α es un átomo de nitrógeno, en el que el átomo de nitrógeno es un átomo de nitrógeno secundario (que representa un átomo de nitrógeno que forma un enlace -NH-), y que no contiene hidrógeno activo (excluyendo la unión de hidrógeno al átomo de nitrógeno en la posición α),
 25 (iv) un grupo que contiene 1 a 44 átomos de carbono, en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono, en el que el átomo de carbono es un átomo de carbono primario o secundario (que presenta carbono de un grupo metilo, carbono que forma un enlace -CH₂- y que no contiene hidrógeno activo. Sin embargo, en el caso de que R^{22} y/o R^{23} forman una estructura de anillos condensados saturados y/o insaturados con el anillo aromático A, y el anillo condensado es un anillo de 6 o menos elementos, el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario. Se muestran ejemplos de dicho caso en la fórmula (36) y en la fórmula (37), mostradas posteriormente. Además, en el caso de que el átomo de carbono en la posición α forma un doble enlace o un triple enlace con la posición β (que representa, entre los átomos que forman R^{22} y R^{23} , un átomo contiguo al anillo aromático del anillo A), el átomo de carbono en la posición α puede ser un átomo de carbono terciario o cuaternario:
 30
 35



(36)



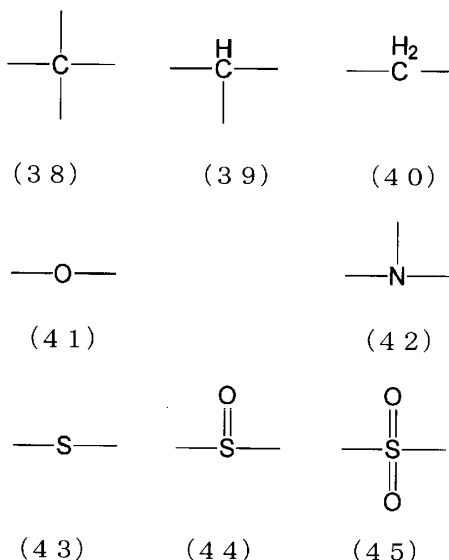
(37)

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

En la fórmula (35), anteriormente, se utiliza la expresión "el átomo en la posición α ". La expresión "el átomo en la posición α " se refiere a un átomo contiguo a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que se unen los grupos R^{22} y R^{23} , entre los átomos que constituyen R^{22} y R^{23} .

45 Un sustituyente sustituido con el grupo aromático del compuesto hidroxil aromático representado mediante la fórmula (35), anteriormente (excluyendo R^{22} y R^{23}) se selecciona de un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alifático y un grupo aromático. Entre los ejemplos de dicho sustituyente se incluye un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo hidrocarburo lineal y un grupo hidrocarburo cíclico (p.ej., un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico entrecruzado, un grupo hidrocarburo espiro, un grupo hidrocarburo multianillo, un grupo hidrocarburo cíclico que presenta una cadena lateral, un grupo heterocíclico, un grupo espiro heterocíclico, un grupo cíclico entrecruzado con hetero y un grupo heterocíclico), un

- grupo al que se une uno o más grupos seleccionados de entre el grupo hidrocarburo lineal anteriormente indicado y el grupo hidrocarburo cíclico anteriormente indicado, y un grupo al que se une el grupo anteriormente indicado mediante un enlace covalente con un átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio). El enlace covalente anteriormente indicado con el átomo no metálico específico (carbono, oxígeno, nitrógeno, azufre o silicio) se refiere a, por ejemplo, que se unen grupos representados mediante las fórmulas (38) a (45) a continuación al grupo anteriormente indicado mediante un enlace covalente:



- Considerando la baja probabilidad de reacciones secundarias, entre los sustituyentes anteriormente indicados, entre los ejemplos de un sustituyente que puede utilizarse preferentemente como sustituyente sustituido con el grupo aromático del compuesto hidroxil aromático representado mediante la fórmula (35) anterior (excluyendo R²² y R²³) se incluyen: un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo hidrocarburo lineal y un grupo hidrocarburo cíclico (un grupo hidrocarburo monocíclico, un grupo hidrocarburo policíclico condensado, un grupo hidrocarburo cíclico entrecruzado, un grupo hidrocarburo espiro, un grupo hidrocarburo multianillo y un grupo hidrocarburo cíclico con una cadena lateral), y un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de los grupos anteriormente indicados (en el que los dos grupos se sustituyen uno por otro).

- Un ejemplo de caso de utilización de un compuesto hidroxil aromático en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización es un caso en el que una amina primaria orgánica, un derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxil aromático se hacen reaccionar para obtener un éster de ácido carbámico N-sustituido. En el caso de que se lleve a cabo dicha reacción a una temperatura elevada, resulta preferente utilizar un compuesto hidroxil aromático en el que el sustituyente sustituido con el anillo A del mismo es preferentemente un sustituyente inactivo. La expresión "sustituyente inactivo" se utiliza en la presente memoria para referirse a un grupo que no contiene el hidrógeno activo anteriormente indicado (con la condición de que pueda presentar un grupo hidroxilo aromático).

- Entre los ejemplos de dicho sustituyente sustituido con el anillo A, aparte de R²² y R²³ se incluyen: un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo, y un grupo éter (éter alquílico y/o éter arílico y/o éter aralquílico sustituido y/o no sustituido); un grupo al que se une uno o más grupos seleccionados del grupo anteriormente indicado; un grupo seleccionado de grupos a los que se une uno o más grupos seleccionados del grupo anteriormente indicado mediante un enlace alifático saturado y/o un enlace éter, y un grupo que es un átomo de halógeno y en el que el número total de átomos de carbono que constituye el anillo A y el número de átomos de carbono que constituye la totalidad de los sustituyentes sustituidos con el anillo A puede ser un número entero entre 6 y 50.

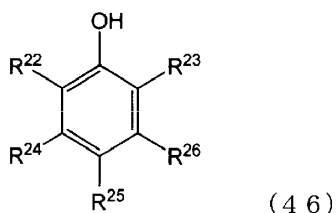
- En la definición (iii) anterior, se indica que el átomo de nitrógeno en la posición α de R²² y R²³ puede ser un átomo de nitrógeno que forma un enlace -NH-. Según la definición del "hidrógeno activo" anteriormente indicado, el átomo de hidrógeno del enlace -NH- también es hidrógeno activo. Sin embargo, como resultado de los estudios de los presentes inventores, se encontró que el átomo de hidrógeno unido al átomo de nitrógeno en la posición α presenta baja reactividad y, de esta manera, prácticamente no afecta a la invención de la presente realización. Los presentes inventores han asumido que puede deberse a impedimentos estéricos en torno al grupo hidroxil.

- Los presentes inventores han encontrado que, en un anillo aromático al que se une un grupo hidroxil, tal como se define en R²² y R²³, un grupo unido al carbono en la posición orto con respecto al carbono al que se une el grupo hidroxil, presenta influencia sobre la reactividad del compuesto hidroxil aromático en el método de producción del compuesto carbonilo de la presente realización. El motivo por el que se proporcionan dichos efectos no se ha clarificado. Los presentes inventores asumen que el tamaño del impedimento estérico de los grupos tal como se define

en R²² y R²³ en la fórmula (35), anteriormente, presentaría una influencia sobre la reactividad del compuesto hidrox aromático.

5 En la fórmula (35), anteriormente, entre los ejemplos del anillo A se incluyen un anillo 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, es una estructura que contiene por lo menos una estructura seleccionada de un anillo benceno y un anillo naftaleno.

10 En caso de considerar un uso industrial, resulta preferente un compuesto hidrox aromático que presente un anillo benceno fácilmente disponible como esqueleto. Dicho compuesto hidrox aromático es preferentemente un compuesto hidrox aromático representado mediante la fórmula (46) a continuación:



15 en la que:

R²² y R²³ representan, cada uno independientemente, el grupo definido en la fórmula (35), anteriormente, y R²⁴, R²⁵ y R²⁶, cada uno independientemente, representan un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo, un grupo aralquilo y un grupo éter (éter alquílico y/o éter arílico y/o éter aralquílico sustituido y/o no sustituido), un grupo, al que se une uno o más grupos seleccionados de los grupos anteriormente indicados; un grupo seleccionado de grupos al que se une uno o más grupos seleccionados del grupo anteriormente indicado mediante un enlace alifático saturado y/o un enlace éter; un átomo de halógeno o un átomo de hidrógeno, y en los que el número total de átomos de carbono que constituye R²², R²³, R²⁴, R²⁵ y R²⁶ es un número entero entre 0 y 44.

En la fórmula (46), anteriormente, los grupos R²⁴, R²⁵ y R²⁶ preferentes se seleccionan, cada uno independientemente, de los grupos indicados en (vi) a (x) a continuación:

30 (vi) un átomo de hidrógeno,
 (vii) un átomo de halógeno,
 (viii) un grupo que contiene 1 a 44 átomos de carbono, en el que el átomo en la posición α es un átomo de carbono, en el que tres grupos unidos al átomo de carbono en la posición α se seleccionan independientemente de un grupo alquilo que contiene 1 a 43 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que contiene 1 a 43 átomos de carbono, un grupo alcoxi que contiene 1 a 43 átomos de carbono, un grupo polioxialquilén-alquil éter que contiene 2 a 43 átomos de carbono y que no presenta grupos OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que contiene 6 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquilo que contiene 7 a 43 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que contiene 7 a 43 átomos de carbono, un grupo al que se une uno o más de los grupos anteriormente indicados y un átomo de hidrógeno,
 40 (ix) un grupo arilo que contiene 1 a 44 átomos de carbono, que se sustituye con un sustituyente, en el que el sustituyente es un grupo arilo sustituido opcionalmente con los 1 a 5 sustituyentes siguientes, en el que los sustituyentes se seleccionan de un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo que contiene 1 a 38 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que contiene 4 a 38 átomos de carbono, un grupo alcoxi que contiene 1 a 38 átomos de carbono, un grupo polioxialquilén-alquil éter que contiene 2 a 38 átomos de carbono y que no presenta grupos OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que contiene 6 a 38 átomos de carbono, un grupo aralquilo que contiene 7 a 38 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que contiene 7 a 38 átomos de carbono y un grupo al que se une uno o más de los grupos anteriormente indicados, y (x) un grupo que contiene 1 a 44 átomos de carbono, en el que el átomo en la posición α es un átomo de oxígeno, en el que el grupo unido al átomo de oxígeno en la posición α se selecciona de entre un grupo alquilo que contiene 1 a 44 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que contiene 1 a 44 átomos de carbono, un grupo alcoxi que contiene 1 a 44 átomos de carbono, un grupo polioxialquilén-alquil éter que contiene 2 a 44 átomos de carbono y que no presenta grupos OH en el extremo del mismo, un grupo arilo que contiene 6 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquilo que contiene 7 a 44 átomos de carbono, un grupo aralquiloxi que contiene 7 a 44 átomos de carbono y un grupo al que se une uno o más de los grupos anteriormente indicados.

55 En la fórmula (46), anteriormente, se utiliza la expresión "el átomo en la posición α". Dicha expresión "el átomo en la posición α" se refiere a un átomo contiguo a un átomo de carbono en el anillo hidrocarburo aromático al que se unen los grupos R²², R²³, R²⁴, R²⁵ y R²⁶, entre los átomos que constituyen R²², R²³, R²⁴, R²⁵ y R²⁶.

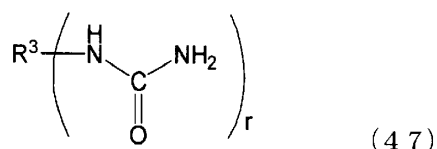
Entre los ejemplos específicos de dicho compuesto hidroxí aromático se incluyen: fenoles monosustituídos, tales como fenol, metilfenol, etilfenol, propilfenol, butilfenol (excluyendo 2-terc-butilfenol), fenoxifenol, bencilfenol y cumilfenol (excluyendo 2-cumilfenol); fenoles disustituídos, tales como dimetilfenol, dietilfenol, dipropilfenol, difenoxifenol y dibencilfenol; fenoles trisustituídos, tales como trimetilfenol, trietilfenol, tripropilfenol, trifenoxifenol, trifenilfenol y tribencilfenol, y naftol.

Tal como se ha indicado anteriormente, el compuesto hidroxí anteriormente indicado (alcohol o un compuesto hidroxí aromático) puede formar un éster de ácido carbámico N-sustituído, por ejemplo mediante coexistencia del mismo en la etapa (X). El éster de ácido carbámico N-sustituído puede utilizarse como precursor de isocianato. Se describe en detalle posteriormente un método para producir un isocianato a partir del éster de ácido carbámico N-sustituído. Es un método para someter el éster de ácido carbámico N-sustituído a pirólisis con el fin de obtener un compuesto hidroxí y un isocianato.

En referencia a la fórmula de reacción, el compuesto hidroxí generado en el método anteriormente indicado es un compuesto hidroxí utilizado en la producción del éster de ácido carbámico N-sustituído. Es decir, el compuesto hidroxí anteriormente definido se genera como producto secundario junto con un isocianato, durante la pirólisis del éster de ácido carbámico N-sustituído. Tras completar la etapa pirólítica, en una de las presentes realizaciones, el compuesto hidroxí puede separarse del isocianato mediante destilación y el compuesto hidroxí separado de esta manera seguidamente puede reciclarse como compuesto hidroxí en la reacción de una amina primaria orgánica, urea y un compuesto hidroxí, aunque depende de la situación. De acuerdo con lo anterior, considerando la etapa de producción del isocianato, resulta preferente considerar la propiedad de separación entre el compuesto hidroxí y el isocianato. Resulta difícil definir de manera general dicha propiedad de separación. Basándose en los resultados de que, en general, en el caso de que los puntos de ebullición estándares de los dos ingredientes que deben separarse se encuentren separados por 10°C o más, pueden separarse suficientemente a escala industrial mediante destilación, la propiedad de separación se define de la manera siguiente. De esta manera, dicha definición es un valor que está limitado a medios de separación convencionalmente conocidos, y no es una definición que constituya la esencia de la presente realización.

< Compuesto que presenta grupo ureido >

En el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, puede utilizarse un compuesto que presenta un grupo ureido como precursor del compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1), anteriormente. El compuesto que presenta el grupo ureido es preferentemente un compuesto producido a partir de la amina primaria orgánica representada mediante la fórmula (5), anteriormente, y urea, es decir, un compuesto representado mediante la fórmula (47) a continuación:



en la que:

'r' es un número entero entre 1 y 10, y

R³ presenta las mismas definiciones que las de R³ en la fórmula (5), anteriormente.

El compuesto que presenta el grupo ureido representado mediante la fórmula (47), anteriormente, es un compuesto que presenta un "grupo ureido" definido en la Norma C-971 de la Nomenclatura de la IUPAC. El compuesto que presenta el grupo ureido utilizado en la presente realización es, por ejemplo, un compuesto que presenta un grupo ureido, en el que un número r de grupos ureido (-NHCONH₂) se une a n grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono.

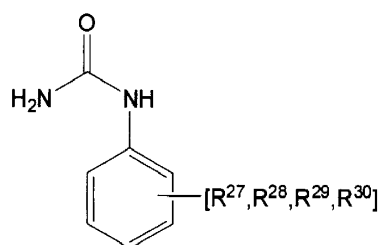
Se proporcionan posteriormente ejemplos específicos de un compuesto preferente que presenta un grupo ureido. "Grupo ureido" es un nombre de sustituyente. En la presente especificación, la expresión "urea N-sustituída (nombre de sustituyente)" también se utiliza como un nombre de compuesto. Con el fin de indicar claramente que el átomo de nitrógeno (N) de la urea se sustituye (es decir, el átomo de nitrógeno no es un grupo -NH₂), se utiliza la expresión "N-sustituído" y se indica claramente si el sustituyente es un grupo aromático o un grupo alifático. Además, con el fin de indicar que el compuesto es un compuesto orgánico, también se utiliza el término "orgánico". Existen casos en los que urea que contiene un único grupo ureido en una molécula de la misma se denomina "monourea" y urea que contiene una pluralidad de grupos ureido en una molécula de la misma se denomina "poliurea". Incluso en el caso de una pluralidad de dichos grupos ureido, los grupos ureido contenidos en el compuesto anteriormente indicado que presenta grupos ureido son urea N-sustituída. De esta manera, tal como se ha indicado anteriormente, los prefijos que indican pluralidad, tal como poli-, di- o tri-, se sitúan inmediatamente antes del término "urea", de manera que los significados de los compuestos individuales pueden distinguirse entre sí.

Durante la totalidad de las descripciones de la presente especificación, al ejemplificar compuestos específicos, no se utilizan los términos “sustituido” y “mono”. Se describen de acuerdo con la Nomenclatura de la IUPAC o con nombres comunes.

5 Entre los ejemplos del compuesto que presenta el grupo ureido utilizado en la presente realización se incluye una monourea orgánica aromática N-sustituida, una poliurea orgánica aromática N-sustituida y una poliurea orgánica alifática N-sustituida.

10 (1) Monourea orgánica aromática N-sustituida

La monourea orgánica aromática N-sustituida es una monourea orgánica aromática N-sustituida en la que, en la fórmula (47), anteriormente, R^3 representa un grupo que contiene 6 a 85 átomos de carbono, que contiene uno o más anillos aromáticos sustituidos opcionalmente con grupos alifáticos y/o aromáticos, y el grupo aromático en R^3 se sustituye con un grupo ureido y r es 1. La monourea orgánica aromática N-sustituida es preferentemente una monourea orgánica aromática N-sustituida en la que R^3 representa un grupo que contiene 6 a 70 átomos de carbono y r es 1. Considerando la fluidez, la monourea orgánica aromática N-sustituida es más preferentemente una monourea orgánica aromática N-sustituida, en la que R^3 representa un grupo que contiene 6 a 13 átomos de carbono y r es 1. Es una monourea orgánica aromática N-sustituida representado mediante la fórmula (48) a continuación:



(4 8)

en la que:

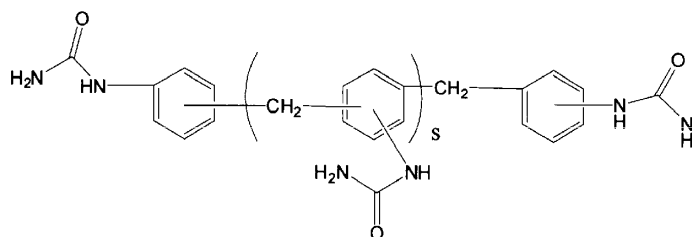
25 por lo menos una de posición orto y/o posición para del grupo ureido de la monourea orgánica aromática N-sustituida representada mediante la fórmula (48) se encuentra no sustituida, y R^{27} a R^{30} , cada uno independientemente, representa un grupo sustituido en cualquier posición en la que se mantiene la aromaticidad del anillo.

Además, en la fórmula (48), R^{27} a R^{30} pueden unirse entre sí para formar un anillo junto con el anillo aromático. Por ejemplo, cada uno de R^{27} a R^{30} preferentemente representa un átomo de hidrógeno, o un grupo seleccionado de grupos constituidos por grupos, al que se une un grupo seleccionado de un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo y un grupo arilo que presenta un grupo hidroxilo, mediante un enlace alifático saturado y/o un enlace éter, en el que el número de átomos de carbono contenido en dicho grupo es un número entero entre 0 y 7. El número total de átomos de carbono en la monourea orgánica aromática N-sustituida representada mediante la fórmula (48), que excluye el grupo ureido (-NH-CO-NH₂), es preferentemente de 6 a 13.

35 Un ejemplo preferente de la monourea orgánica aromática N-sustituida representada mediante la fórmula (48) es una monourea orgánica aromática N-sustituida, en la que R^{27} a R^{30} representan, cada uno, un átomo de hidrógeno o un grupo seleccionado de grupos alquilo, tal como un grupo metilo o un grupo etilo. Entre los ejemplos de dicha monourea orgánica aromática N-sustituida se incluye N-fenilurea, N-tolilurea, N-dimetilfenilurea, N-dietilfenilurea, N-dipropilfenilurea, N-naftalenilurea, N-metilnaftalenilurea, N-dimetilnaftalenilurea y N-trimetilnaftalenilurea. De entre ellos, se utiliza más preferentemente N-fenilurea.

45 (2) Poliurea orgánica aromática N-sustituida

La poliurea orgánica aromática N-sustituida es una poliurea orgánica aromática N-sustituida en la que, en la fórmula (47), anteriormente, R^3 representa un grupo que contiene 6 a 85 átomos de carbono, que contiene uno o más anillos aromáticos sustituidos opcionalmente con grupos alifáticos y/o aromáticos, y el grupo aromático en R^3 se sustituye con un grupo ureido y r es 2 o superior. La poliurea orgánica aromática N-sustituida es preferentemente una poliurea orgánica aromática N-sustituida en la que R^3 representa un grupo que contiene 6 a 70 átomos de carbono y r es 2 o superior. Considerando la fluidez, más preferentemente es una poliurea orgánica aromática N-sustituida en la que R^3 contiene uno o más anillos aromáticos, en la que el anillo aromático es un grupo aromático que contiene 6 a 13 átomos de carbono sustituidos opcionalmente con un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, un grupo ureido se une al grupo aromático contenido en R^3 y r es 2 o superior. Entre los ejemplos de dicha poliurea orgánica aromática N-sustituida se incluyen N,N'-fenilendiurea, N,N'-metilfenilendiurea, N,N'-metilendifenilén-diurea, N,N'-mesitilén-diurea, N,N'-bifenil-diurea, N,N'-dibencilurea, N,N'-propano-difenilén-diurea, N,N'-oxidifenilén-diurea, N,N'-difenil-diil-dipropano-diil-diurea, N,N'-fenilendimetilén-diurea, N,N'-metoxifenilén-diurea, N,N'-etoxifenilén-diurea, N,N'-naftalén-diil-urea, N,N'-piridín-diildimetilén-diurea, N,N'-naftalén-diildimetilén-diurea y polimetilen-polifenil poliurea representada por la fórmula (49) a continuación:



(49)

en la que:

5 's' representa un número entero entre 0 y 6.

(3) Poliurea orgánica alifática N-sustituida

La poliurea orgánica alifática N-sustituida es una poliurea orgánica alifática N-sustituida en la que, en la fórmula (47), anteriormente, R³ representa un grupo alifático que contiene 1 a 85 átomos de carbono sustituido opcionalmente con un grupo aromático y r es 2 o 3. La poliurea orgánica alifática N-sustituida es preferentemente una poliurea orgánica alifática N-sustituida, en la que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico (incluyendo un grupo aromático), o un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (p.ej., un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). Más preferentemente es una poliurea orgánica alifática N-sustituida en la que R³ representa un grupo alifático que contiene 1 a 70 átomos de carbono, que es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (p.ej., un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un hidrocarburo lineal, o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico) y r es 2 o 3. Considerando la fluidez necesaria para la producción masiva industrial, resulta adicionalmente preferente una poliurea orgánica alifática N-sustituida en la que R³ representa un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico o un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (p.ej., un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un hidrocarburo lineal, o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo lineal), cada uno de los cuales está constituido por un átomo de carbono y un átomo de hidrógeno y cada uno contiene 6 a 13 átomos de carbono. Es decir, el caso es una poliurea orgánica alifática N-sustituida en la que R³ es un grupo alquilo de cadena lineal y/o ramificada, un grupo cicloalquilo o un grupo constituido por grupo alquilo y grupo cicloalquilo. Entre los ejemplos de dicha poliurea orgánica alifática N-sustituida se incluyen metilén-diurea, 1,2-dimetilén-diurea, 1,3-trimetilén-diurea, 1,4-tetrametilén-diurea, 1,5-pentametilén-diurea, 1,6-hexametilén-diurea, 1,8-octametilén-diurea, ciclopentano-diurea, ciclohexano-diurea, cicloheptano-diurea, ciclooctano-diurea, metilciclopentano-diurea, etilciclopentano-diurea, metilciclohexano-diurea, etilciclohexano-diurea, propilciclohexano-diurea, butilciclohexano-diurea, pentilciclohexano-diurea, hexilciclohexano-diurea, dimetilciclohexano-diurea, dietilciclohexano-diurea, dibutilciclohexano-diurea, 1,5,5-trimetilciclohexano-diurea, 1,5,5-trietilciclohexano-diurea, 1,5,5-tripropil-ciclohexano-diurea, 1,5,5-tributilciclohexano-diurea y 3-ureidometil-3,5,5-trimetilciclohexil-urea.

< Método para producir compuesto que presenta grupo ureido >

Se aplica un método conocido como método para producir el compuesto que presenta el grupo ureido. Un ejemplo del método para producir el compuesto que presenta el grupo ureido es un método de reacción de una amina primaria orgánica con por lo menos uno seleccionado de entre el grupo que consiste en urea, ácido isocianico y un éster de ácido carbámico N-no sustituido (que se describe posteriormente) con el fin de obtener un compuesto que presenta un grupo ureido.

Por ejemplo, en el caso de que el compuesto que presenta el grupo ureido sea un compuesto que presente un grupo ureido producido mediante la reacción de una amina primaria orgánica con urea en presencia de un compuesto hidroxilado, puede llevarse a cabo el método de producción siguiente.

En primer lugar, se utiliza urea en una proporción estequiométrica de 0,5: 1 a 100: 1 respecto a la cantidad de grupo amino de la amina primaria orgánica. Con el fin de incrementar la velocidad de reacción para completar la reacción en una etapa temprana, se utiliza preferentemente una cantidad en exceso de urea respecto al grupo amino de la amina primaria orgánica. Sin embargo, en el caso de que se utilice una cantidad extremadamente en exceso de urea, el tamaño del recipiente de reacción se vuelve excesivamente grande. Por consiguiente, la urea se utiliza en una proporción estequiométrica de preferentemente 1,0: 1 a 100: 1, más preferentemente de 1,5: 1 a 80: 1, y más preferentemente de 2: 1 a 30: 1 respecto a la cantidad de grupo amino de la amina primaria orgánica.

Desde el punto de vista de la supresión de la generación de productos secundarios, un método de adición de urea y una amina primaria orgánica de manera que el número total de grupos urea en la fase líquida sea mayor que el número total de grupos amino que constituyen la amina primaria orgánica en una proporción de cantidades resulta preferente

como método de reacción. Específicamente, resulta preferente un método de adición de una amina primaria orgánica a una mezcla de un compuesto hidroxilo y urea. Además, puede aplicarse un método de adición de una mezcla de un compuesto hidroxilo y una amina primaria orgánica a la urea. La mezcla de un compuesto hidroxilo aromático y urea, o la mezcla de un compuesto hidroxilo aromático y una amina primaria orgánica, puede ser una solución homogénea o una solución en suspensión.

La temperatura a la que la mezcla anteriormente indicada de un compuesto hidroxilo y urea (una solución homogénea o una solución en suspensión) se prepara preferentemente se encuentra comprendida en un intervalo de 50°C a 150°C. En el caso de que la temperatura de preparación sea excesivamente elevada, se incrementa la tasa de descomposición de la urea, dando como resultado un incremento de los productos secundarios causado por los productos de descomposición de la urea en muchos casos.

La amina primaria orgánica preferentemente se añade en el estado de un líquido. En general, muchas de las aminas primarias orgánicas ejemplificadas anteriormente se encuentran en el estado de un sólido a una temperatura ordinaria (p.ej., 20°C). En dicho caso, la amina primaria orgánica se calienta hasta una temperatura igual o superior al punto de fusión de la misma, de manera que puede suministrarse en el estado de un líquido. Por otra parte, en el caso de que la amina primaria orgánica se suministre a una temperatura extremadamente elevada, puede producirse el caso de que se den reacciones secundarias, tales como una reacción de desnaturalización térmica, debido al calentamiento. De esta manera, tal como se ha indicado anteriormente, la amina primaria orgánica preferentemente se suministra en forma de una mezcla con un compuesto hidroxilo aromático, a una temperatura relativamente baja, en el estado líquido.

La temperatura a la que se lleva a cabo la presente reacción se encuentra comprendida en el intervalo de 30°C a 250°C y preferentemente en el intervalo de 50°C a 200°C. A medida que se reduce la temperatura de reacción, se suprime la generación de productos secundarios y se mejora el rendimiento. Sin embargo, en el caso de que la temperatura de reacción sea excesivamente baja, puede darse el caso de que la velocidad de reacción sea baja y de esta manera se reduzca la eficiencia de producción. Por otra parte, en el caso de que la temperatura de reacción sea excesivamente elevada, puede ocurrir que la tasa de descomposición de la urea se vuelva elevada, dando como resultado un incremento de los productos secundarios causado por productos de descomposición de la urea. La presente reacción preferentemente se lleva a cabo a una temperatura inferior a los puntos de ebullición estándares de la amina primaria orgánica, urea y compuesto hidroxilo aromático utilizados.

La presente reacción se lleva a cabo bajo una presión atmosférica, bajo una presión reducida o bajo una presión comprimida. En general, la reacción se lleva a cabo en una atmósfera de gas inerte, tal como nitrógeno, argón o helio.

El tiempo de reacción no se encuentra particularmente limitado. Es generalmente de 0,001 a 100 horas, preferentemente de 0,01 a 80 horas, y más preferentemente de 0,1 a 50 horas. Además, también resulta posible que se recoja la solución de reacción y que en este caso se confirme mediante, por ejemplo, cromatografía líquida que se ha generado una cantidad deseada de compuesto que presenta un grupo ureido, de manera que la reacción pueda terminarse.

En la presente realización, no resulta necesario utilizar un catalizador en la reacción de una amina primaria orgánica con urea. Sin embargo, para el propósito de completar la reacción en un tiempo corto, o para reducir la temperatura de reacción, no se niega la utilización de dicho catalizador. En general, debido a que la amina aromática presenta una reactividad inferior a la de una amina alifática, en el caso de que se utilice dicha amina aromática como amina primaria orgánica, puede ocurrir que la utilización de un catalizador resulte eficaz. En el caso de que se utilice un catalizador, entre los ejemplos de dicho catalizador que pueden utilizarse en la presente memoria se incluyen: compuestos metálicos orgánicos, tales como compuestos de estaño, plomo, cobre y titanio; compuestos metálicos inorgánicos, tales como compuestos de estaño, plomo, cobre y titanio; alcoholatos de metales alcalinos y alcoholatos de metales alcalino-térreos. Entre los ejemplos específicos de catalizadores básicos, tales como los alcoholatos de metales alcalinos o los alcoholatos de metales alcalino-térreos, se incluyen el metilato, el etilato y el butilato de litio, sodio, potasio, calcio y bario.

En la presente reacción, a partir del compuesto hidroxilo aromático anteriormente indicado, no necesita utilizarse ningún solvente de reacción. Sin embargo, para el fin de facilitar las operaciones de reacción, puede utilizarse un solvente adecuado.

Entre los ejemplos de dicho solvente se incluyen:

alcanos, tales como hexano, heptano, octano, nonano y decano,
 hidrocarburos aromáticos, tales como benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno y naftaleno,
 compuestos aromáticos sustituidos con halógeno o un grupo nitro, tales como clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno y nitronaftaleno,
 compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno y dibenciltolueno,
 hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano y etilciclohexano,

alcoholes alicíclicos, tales como ciclohexanol, ciclopentanol y ciclooctanol,
cetonas, tales como metil-etil-cetona y acetofenona,
ésteres, tales como ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo y ftalato de bencilbutilo,
éteres y tioéteres, tales como éter difenílico y sulfuro de difenilo, y
5 sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido y difenilsulfóxido.

Como aparato de reacción, pueden utilizarse recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un
tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un recipiente de
10 reacción de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada y un destilador de película delgada,
en combinación, según resulte apropiado. Con el fin de mantener constante la temperatura de reacción, puede
incorporarse un dispositivo de refrigeración y/o dispositivo de calentamiento conocido. Además, los materiales
utilizados para el recipiente de reacción no se encuentran particularmente limitados. Pueden utilizarse materiales
conocidos. Entre los ejemplos del material que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen vidrio, acero
15 inoxidable, acero de carbono, Hastelloy, un material de base revestido de vidrio y un material base recubierto con
Teflon (marca comercial registrada).

Además, como método para hacer reaccionar una amina primaria orgánica con un éster de ácido carbámico N-no
sustituido para producir un compuesto que presenta un grupo ureido, se aplica un método de producción que
20 comprende la etapa (a) y la etapa (b) siguientes:

etapa (a): una etapa de hacer reaccionar un compuesto hidroxilo con urea para producir un éster de ácido carbámico
N-no sustituido, y

etapa (b): una etapa de hacer reaccionar el éster de ácido carbámico N-no sustituido con una amina primaria
orgánica para producir un compuesto que presenta un grupo ureido.

Como compuesto hidroxilo utilizado en la etapa (a), puede utilizarse alcohol y/o un compuesto hidroxilo aromático. En el
caso de que el compuesto hidroxilo es alcohol, el alcohol representado por la fórmula (32) a continuación resulta
preferente. En el caso de que el compuesto hidroxilo sea un compuesto hidroxilo aromático, resulta preferente el
compuesto hidroxilo aromático representado por la fórmula (33) a continuación. El compuesto hidroxilo utilizado en la
30 presente memoria presenta una función como solvente de reacción en la etapa (a) y un papel en la reacción con urea
para generar un éster de ácido carbámico. En particular, en el caso de que se utilice un compuesto hidroxilo aromático,
la velocidad de reacción en la reacción de generación de dicho éster de ácido carbámico depende de la estructura del
compuesto hidroxilo aromático, al igual que con la reacción de generación de un O-aril-éster de ácido carbámico N-
sustituido. De acuerdo con lo anterior, considerando la reactividad con la urea, el compuesto hidroxilo aromático
35 representado mediante la fórmula (35), anteriormente, resulta preferente y el compuesto hidroxilo aromático
representado mediante la fórmula (46), anteriormente, resulta más preferente.

Las condiciones de reacción para la etapa (a) pueden determinarse en referencia a métodos conocidos (ver, por
ejemplo, la patente japonesa abierta al público nº 5-310677).

La proporción de cantidades de urea y compuesto hidroxilo utilizada en la reacción de la etapa (a) es diferente según
los tipos de compuestos que deben utilizarse. Preferentemente, el compuesto hidroxilo se utiliza en una proporción
estequiométrica de 5: 1 o superior respecto a la urea. En el caso de que el compuesto hidroxilo se utilice en una
proporción estequiométrica de 5: 1 o superior respecto a la urea, el rendimiento de éster de ácido carbámico N-
45 nosustituido tiende a incrementarse y el tiempo de reacción tiende a reducirse. El límite superior de la cantidad de
compuesto hidroxilo respecto a la urea no se encuentra limitado. Sin embargo, en el caso de que se utilice una cantidad
extremadamente en exceso de compuesto hidroxilo, resulta en una reducción de la eficiencia de producción de éster de
ácido carbámico N-no sustituido. De esta manera, con respecto al límite superior, el compuesto hidroxilo se utiliza
50 generalmente a la proporción estequiométrica anteriormente indicada, de 100: 1 o inferior respecto a la urea.

Debido a que el equilibrio se encuentra en gran medida en el lado de las materias primas en la reacción del compuesto
hidroxilo con la urea, el amonio generado como producto secundario como resultado de la reacción preferentemente
resulta eliminado del sistema de reacción. Una de las realizaciones preferentes es un método de reacción-destilación.
Con el fin de incrementar la eficiencia de eliminación del amonio, la reacción puede llevarse a cabo bajo ebullición del
55 compuesto hidroxilo. Con el mismo fin, también resulta posible utilizar un solvente que presente un punto de ebullición
estándar inferior al del compuesto hidroxilo utilizado y llevar a cabo la reacción en el punto de ebullición del solvente. El
compuesto hidroxilo o solvente sometido a ebullición de esta manera se separa del amonio de acuerdo con un método
conocido, tal como destilación, y seguidamente el amonio se elimina del sistema. Entre los ejemplos de dicho solvente
se incluyen: hidrocarburos, tales como pentano, hexano, ciclohexano, heptano, benceno, tolueno y xileno;
60 hidrocarburos halogenados, tales como diclorometano, cloroformo y tetracloruro de carbono; cetonas, tales como
acetona y metil-etil-cetona, y éteres, tales como tetrahidrofurano y dioxano.

Como otra realización preferente de eliminación del amonio generado como producto secundario en el sistema de
reacción, también se aplica un método que utiliza gas inerte. Específicamente, un método de acompañamiento de
amonio generado sucesivamente como resultado de la reacción en un estado gaseoso con gas inerte para separar el
65

amonio del sistema de reacción. Entre los ejemplos de dicho gas inerte se incluyen nitrógeno, helio, argón, dióxido de carbono, metano, etano y propano.

5 Una realización preferente adicional de eliminación de amonio generado como producto secundario en el sistema de reacción es un método de adsorción de amonio sobre un adsorbente para separarlo del sistema de reacción. El tipo de adsorbente utilizado en la presente memoria no se encuentra particularmente limitado, con la condición de que presente la capacidad de adsorber amonio a la temperatura utilizada y bajo las condiciones utilizadas. Entre los ejemplos de dicho adsorbente se incluye sílice, alúmina, zeolita y tierra diatomácea.

10 La temperatura de reacción aplicada en la etapa (a) se encuentra en un intervalo de preferentemente 120°C a 250°C, y más preferentemente de 130°C a 240°C. A una temperatura igual o superior al límite inferior anteriormente indicado, se incrementa la velocidad de reacción y puede alcanzarse un rendimiento elevado en un tiempo corto. De esta manera, dicha temperatura elevada resulta adecuada para el uso industrial. Por otra parte, a una temperatura igual o inferior al límite superior anteriormente indicado, pueden suprimirse las reacciones secundarias y puede mejorarse el rendimiento.

15 La presión de reacción es diferente dependiendo de condiciones tales como la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el método de eliminación de amonio y el aparato de reacción. La reacción se lleva a cabo generalmente en un intervalo de 0,01 kPa a 5 MPa (presión absoluta).

20 El tipo de aparato de reacción utilizado para llevar a cabo la presente reacción no se encuentra particularmente limitado y puede utilizarse un recipiente de reacción conocido. Por ejemplo, pueden utilizarse en combinación, según resulte apropiado, recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un recipiente de reacción de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada y un destilador de película delgada. Los materiales utilizados para el recipiente de reacción tampoco se encuentran particularmente limitados. Pueden utilizarse materiales conocidos. Entre los ejemplos del material que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen vidrio, acero inoxidable, acero de carbono, Hastelloy, un material de base revestido de vidrio y un material base recubierto con Teflon (marca comercial registrada). SUS304, SUS316 y SUS316L son económicos y, de esta manera, pueden utilizarse preferentemente. Los aparatos de instrumentación, tales como un caudalímetro y un termómetro, y pueden añadirse aparatos de procesamiento conocidos, tales como un rehervidor, una bomba y un condensador, según resulte necesario. El calentamiento puede llevarse a cabo mediante métodos conocidos, tales como con vapor y un calentador. Para el enfriamiento, pueden utilizarse métodos conocidos, tales como el enfriamiento natural, la utilización de agua de refrigeración y la utilización de solución hipersalina. También pueden añadirse otras etapas, según resulte necesario.

35 La utilización de un catalizador no resulta esencial en la reacción de la etapa (a). Sin embargo, puede utilizarse un catalizador para el propósito de reducir la temperatura de reacción o de incrementar la velocidad de reacción. Entre los ejemplos de dicho catalizador que se utiliza preferentemente en la presente memoria se incluyen: elementos tierras raras, antimonio y bismuto como cuerpos individuales y los óxidos, sulfuros y cloruros de dichos elementos; boro como cuerpo individual y compuestos de boro; los metales de los elementos del cobre, elementos del cinc, elementos del aluminio, elementos del carbono y elementos del titanio en la tabla periódica, y los óxidos y sulfuros de los mismos, y los carburos y nitruros de los elementos del carbono, elementos del titanio, elementos del vanadio y elementos del cromo, diferentes del carbono en la tabla periódica. En el caso de que se utilice dicho catalizador, la proporción de cantidades de catalizador y urea no se encuentra particularmente limitada. El catalizador se utiliza en una proporción de pesos de 0,0001: 1 a 0,1: 1 respecto al peso de la urea.

40 Para el propósito de reducir la viscosidad de la solución de reacción y/o de preparar la solución de reacción como sistema homogéneo, puede utilizarse un solvente de reacción en la reacción de la etapa (a). Entre los ejemplos de dicho solvente de reacción que puede utilizarse preferentemente en la presente memoria se incluyen: alcanos, tales como pentano, hexano, heptano, octano, nonano y decano; hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos aromáticos con sustitución de alquilo, tales como benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno y naftaleno; compuestos de nitrilo, tales como acetonitrilo y benzonitrilo; compuestos aromáticos sustituidos con halógeno o un grupo nitro, tales como clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno y nitronaftaleno; compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno y dibenciltolueno; hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano y etilciclohexano; cetonas, tales como metil etil cetona y acetofenona; ésteres, tales como ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo y butilftalato de bencilo; éteres y tioéteres, tales como tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, 1,2-dimetoxietano, éter difenílico y sulfuro de difenilo; compuestos de cetona, tales como acetona y metil etil cetona; compuestos éster, tales como acetato de etilo y benzoato de etilo, y sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido y difenilsulfóxido. Evidentemente, también se utiliza preferentemente como solvente de reacción un compuesto hidroxilo, que se utiliza en una cantidad en exceso en la etapa (a). Además, los solventes utilizados en la presente memoria pueden ser los mismos que los solventes anteriormente indicados que se utilizan para eliminar el amonio del sistema de reacción.

65 La solución de reacción producida de esta manera de la etapa (a), que contiene un éster de ácido carbámico N-no sustituido, puede utilizarse directamente en la etapa (b). Alternativamente, el éster de ácido carbámico N-no sustituido

puede separarse de la solución de reacción y el éster de ácido carbámico N-no sustituido puede utilizarse entonces en la reacción de la etapa (b).

5 La etapa (b) es una etapa de hacer reaccionar el éster de ácido carbámico N-no sustituido con una amina primaria orgánica para producir un compuesto que presenta un grupo ureido.

10 El éster de ácido carbámico N-no sustituido se utiliza en una proporción estequiométrica de 1: 1 a 1000: 1 respecto a la cantidad de grupo amino de la amina primaria orgánica. Con el fin de incrementar la velocidad de reacción para completar la reacción en una etapa temprana, el éster de ácido carbámico N-no sustituido se utiliza preferentemente en una cantidad en exceso respecto al grupo amino de la amina primaria orgánica. Sin embargo, en el caso de que se utilice una cantidad extremadamente en exceso de urea, el tamaño del recipiente de reacción se vuelve excesivamente grande. De acuerdo con lo anterior, el éster de ácido carbámico N-no sustituido se utiliza en una proporción estequiométrica de, preferentemente, 0,5: 1 a 1000: 1, más preferentemente de 1: 1 a 1000: 1, todavía más preferentemente de 1,5: 1 a 100: 1, y particularmente preferentemente de 2,0: 1 a 30: 1.

15 Desde el punto de vista de la supresión de la generación de productos secundarios, como método de reacción, resulta preferente un método de adición de un éster de ácido carbámico N-no sustituido y una amina primaria orgánica en una proporción de cantidades tal que el número total de ésteres de ácido carbámico N-no sustituido en la fase líquida se torne superior al número total de grupos amino que constituyen la amina primaria orgánica. Específicamente, resulta preferente un método de adición de una amina primaria orgánica a una mezcla de un éster de ácido carbámico N-no sustituido y un compuesto hidroxilo. De otro modo, también puede aplicarse un método de adición de una amina primaria orgánica a la mezcla que contiene un éster de ácido carbámico N-no sustituido obtenido en la etapa (a). La amina primaria orgánica puede añadirse individualmente o en forma de una mezcla con un compuesto hidroxilo.

20 La amina primaria orgánica preferentemente se añade en el estado de un líquido. En general, muchas de las aminas primarias orgánicas ejemplificadas anteriormente se encuentran en el estado de un sólido a una temperatura ordinaria (p.ej., 20°C). En dicho caso, la amina primaria orgánica se calienta hasta una temperatura igual o superior al punto de fusión de la misma, de manera que puede suministrarse en el estado de un líquido. Por otra parte, en el caso de que la amina primaria orgánica se suministre a una temperatura extremadamente elevada, puede producirse el caso de que se den reacciones secundarias, tales como una reacción de desnaturalización térmica, debido al calentamiento. De esta manera, tal como se ha indicado anteriormente, la amina primaria orgánica preferentemente se suministra en forma de una mezcla con un compuesto hidroxilo aromático, a una temperatura relativamente baja, en el estado líquido.

25 La temperatura a la que se lleva a cabo la presente reacción se encuentra comprendida en el intervalo de 30°C a 250°C y preferentemente en el intervalo de 50°C a 200°C. A medida que se reduce la temperatura de reacción, se suprime la generación de productos secundarios y se mejora el rendimiento. Sin embargo, en el caso de que la temperatura de reacción sea excesivamente baja, puede darse el caso de que la velocidad de reacción sea baja y de esta manera se reduzca la eficiencia de producción. Por otra parte, en el caso de que la temperatura de reacción sea excesivamente elevada, puede darse el caso de que la tasa de descomposición del éster de ácido carbámico N-no sustituido se torne excesivamente elevada, dando como resultado un incremento de los productos secundarios causado por el producto descompuesto del éster de ácido carbámico N-no sustituido. La presente reacción se lleva a cabo preferentemente a una temperatura inferior a los puntos de ebullición estándares de la amina primaria orgánica, el éster de ácido carbámico N-no sustituido y el compuesto hidroxilo aromático utilizados.

30 La presente reacción se lleva a cabo bajo una presión atmosférica, bajo una presión reducida o bajo una presión comprimida. En general, la reacción se lleva a cabo en una atmósfera de gas inerte, tal como nitrógeno, argón o helio.

35 El tiempo de reacción no se encuentra particularmente limitado. Es generalmente de 0,001 a 100 horas, preferentemente de 0,01 a 80 horas, y más preferentemente de 0,1 a 50 horas. Además, también resulta posible que se recoja la solución de reacción y que en este caso se confirme que se ha generado una cantidad deseada de compuesto que presenta un grupo ureido, de manera que la reacción pueda terminarse.

40 En la etapa (b), el compuesto hidroxilo utilizado en la etapa (b) puede utilizarse como el solvente en la etapa (b). Para el fin de facilitar las operaciones de reacción, puede utilizarse un solvente adecuado.

45 Entre los ejemplos de dicho solvente se incluyen:

50 alcanos, tales como hexano, heptano, octano, nonano y decano, hidrocarburos aromáticos, tales como benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno y naftaleno, compuestos aromáticos sustituidos con halógeno o un grupo nitro, tales como clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno y nitronaftaleno, compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno y dibenciltolueno, hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano y etilciclohexano, alcoholes alicíclicos, tales como ciclohexanol, ciclopentanol y ciclooctanol,

cetonas, tales como metil-etil-cetona y acetofenona, ésteres, tales como ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo y ftalato de bencilbutilo, éteres y tioéteres, tales como éter difenílico y sulfuro de difenilo, y sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido y difenilsulfóxido.

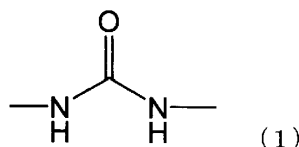
5 Como aparato de reacción, pueden utilizarse recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un recipiente de reacción de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada y un destilador de película delgada, en combinación, según resulte apropiado. Con el fin de mantener constante la temperatura de reacción, puede incorporarse un dispositivo de refrigeración y/o dispositivo de calentamiento conocido. Además, los materiales utilizados para el recipiente de reacción no se encuentran particularmente limitados. Pueden utilizarse materiales conocidos. Entre los ejemplos del material que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen vidrio, acero inoxidable, acero de carbono, Hastelloy, un material de base revestido de vidrio y un material base recubierto con Teflon (marca comercial registrada).

15 En el método anteriormente indicado para producir el compuesto que presenta el grupo ureido, existe el caso en que se genera como producto secundario un compuesto que presenta un enlace urea. En dicho caso, el compuesto que presenta el compuesto ureido puede separarse, y el compuesto obtenido de esta manera que presenta el enlace urea puede utilizarse en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización. De otro modo, puede utilizarse una mezcla que contiene el compuesto que presenta el enlace urea en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización.

< Reacción de compuesto que presenta enlace urea con derivado de ácido carbónico >

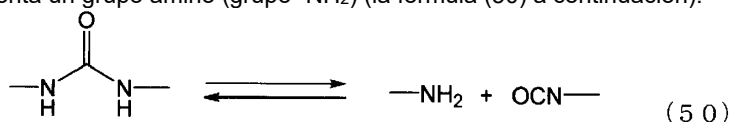
25 El método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización comprende una etapa (X) de hacer reaccionar un compuesto que presenta un enlace urea representado por la fórmula (1) a continuación con un derivado de ácido carbónico que presenta un grupo carbonilo (-C(=O)-) bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea con el fin de obtener el compuesto carbonilo.

30 Además, la etapa (X) se lleva a cabo en coexistencia con un compuesto hidroxilo:

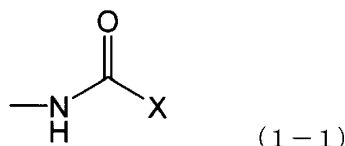


35 El método anteriormente descrito para producir un compuesto carbonilo utilizando un derivado de ácido carbónico que comprende una etapa (X) de hacer reaccionar el compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1) a continuación con el derivado de ácido carbónico bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea del compuesto anteriormente indicado. El mecanismo de reacción de la presente reacción todavía no ha sido clarificado. Los presentes inventores realizan las suposiciones siguientes. Con el fin de simplificar las descripciones de la reacción, sólo se describe posteriormente la reacción de una parte de enlace urea.

40 En primer lugar, mediante calentamiento del compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1), anteriormente, a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea del compuesto, el enlace urea del compuesto representado por la fórmula (1), anteriormente, induce una reacción de disociación térmica, de manera que se disocia en un compuesto que presenta un grupo isocianato (grupo -NCO) y en un compuesto que presenta un grupo amino (grupo -NH₂) (la fórmula (50) a continuación):



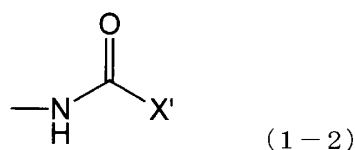
50 El compuesto que presenta el grupo amino (grupo -NH₂) reacciona con un derivado de ácido carbónico que presenta un grupo carbonilo (-C(=O)-), obteniendo un compuesto carbonilo que contiene un grupo representado por la fórmula (1-1) a continuación:



en la que X representa un grupo unido al átomo de carbono del grupo carbonilo (-C(=O)-) del derivado de ácido carbónico.

5 Por otra parte, el compuesto que presenta el grupo isocianato (grupo -NCO) reacciona con un compuesto derivado de un derivado de ácido carbónico generado como resultado de la reacción anteriormente indicada del compuesto que presenta el grupo amino (grupo -NH₂) con el derivado de ácido carbónico con el fin de obtener el compuesto carbonilo que contiene un grupo representado mediante la fórmula (1-1), anteriormente.

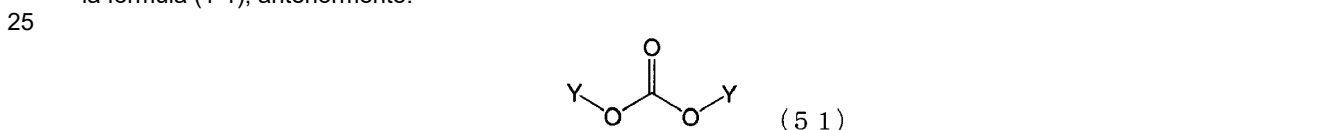
10 Además, debido a que la reacción en la etapa (X) se lleva a cabo en coexistencia de un compuesto hidroxilo, el compuesto que presenta el grupo isocianato (grupo -NCO) reacciona con el compuesto hidroxilo, obteniendo un compuesto carbonilo que contiene un grupo representado mediante la fórmula (1-2) a continuación:



15 en la que X' representa un residuo obtenido mediante eliminación del átomo de hidrógeno de un grupo hidroxilo (-OH) del compuesto hidroxilo.

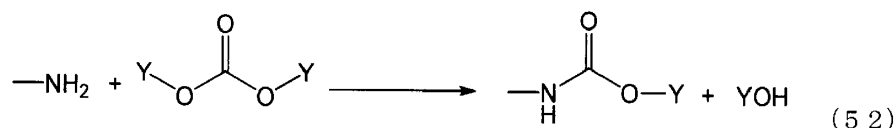
A continuación en la presente memoria, se describe el mecanismo de reacción específico de la presente reacción.

20 En el caso de que el derivado de ácido carbónico sea, por ejemplo, un éster de ácido carbónico representado mediante la fórmula (51), a continuación, el éster de ácido carbónico y un compuesto que presenta un grupo amino se someten a una reacción representada por la fórmula (52), a continuación, generando un compuesto carbonilo representado por la fórmula (1-1), anteriormente:

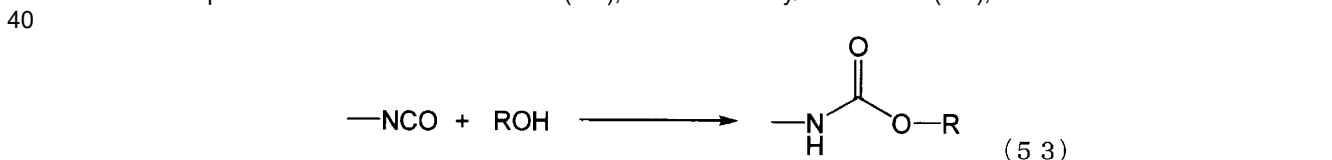


en la que:

30 Y representa independientemente un grupo alifático que contiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo aromático que contiene 6 a 20 átomos de carbono, o un grupo alifático aromático que contiene 7 a 20 átomos de carbono, cada uno de los cuales opcionalmente contiene un átomo de oxígeno.



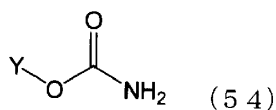
35 Por otra parte, el compuesto que presenta el grupo isocianato (grupo -NCO) reacciona con un compuesto hidroxilo generado como resultado de la reacción de la fórmula anterior (52) (YOH, el segundo ítem en el lado derecho de la fórmula (52), anteriormente) y/o, al llevarse a cabo la reacción en coexistencia de un compuesto hidroxilo, con el compuesto hidroxilo, según la reacción representada mediante la fórmula (53), a continuación, generando compuestos carbonilo representados mediante la fórmula (1-1), anteriormente y/o la fórmula (1-2), anteriormente:



en la que:

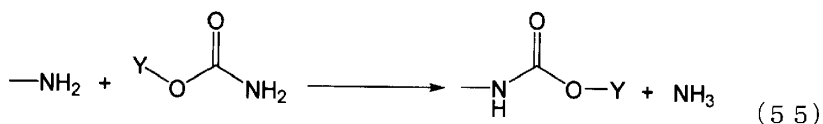
45 ROH representa un compuesto hidroxilo (YOH) generado como resultado de la reacción de la fórmula (52), anteriormente, y/o debido a que la reacción se lleva a cabo en coexistencia de un compuesto hidroxilo, ROH representa ese compuesto hidroxilo.

Además, en el caso de que el derivado de ácido carbónico sea, por ejemplo, un éster de ácido carbámico N-no sustituido representado mediante la fórmula (54), a continuación, el éster de ácido carbámico N-no sustituido y un compuesto que presenta un grupo amino se someten a reacciones representadas mediante la fórmula (55), posteriormente, y/o la fórmula (56), posteriormente, para generar un compuesto carbonilo representado mediante la fórmula (1-1), anteriormente:

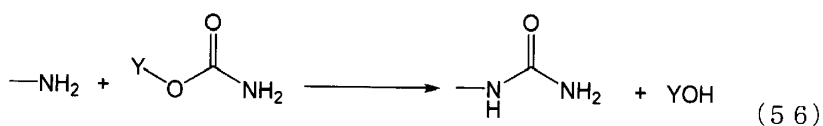


en la que:

- 5 Y representa independientemente un grupo alifático que contiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo aromático que contiene 6 a 20 átomos de carbono, o un grupo alifático aromático que contiene 7 a 20 átomos de carbono, cada uno de los cuales opcionalmente contiene un átomo de oxígeno.



10

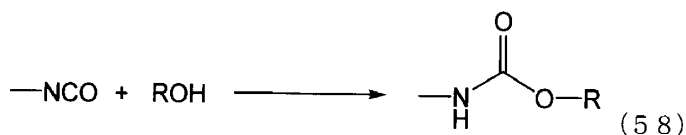


15

Por otra parte, el compuesto que presenta el grupo isocianato (grupo -NCO) reacciona con el amonio (NH₃) generado como resultado de la reacción de la fórmula (55), posteriormente, y/o con un compuesto hidroxilo (YOH) generado como resultado de la reacción de la fórmula (56), anteriormente, y/o debido a que la reacción se lleva a cabo en coexistencia de un compuesto hidroxilo, con dicho compuesto hidroxilo, generando compuestos carbonilo representados mediante la fórmula (1-1), anteriormente, y/o la fórmula (1-2), anteriormente (las fórmulas (57) y (58), a continuación):



20



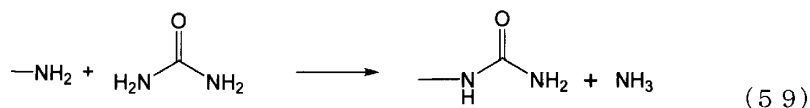
en la que:

25

ROH representa un compuesto hidroxilo (YOH) generado como resultado de la reacción de la fórmula (56), anteriormente, y/o debido a que la reacción se lleva a cabo en coexistencia de un compuesto hidroxilo, ROH representa ese compuesto hidroxilo.

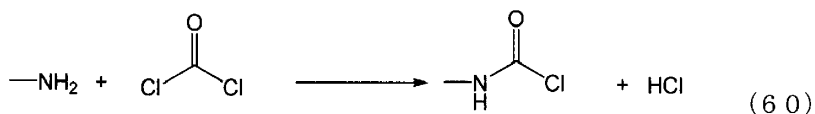
30

Además, en el caso de que el derivado de ácido carbónico sea una urea, se genera un compuesto carbonilo representado mediante la fórmula (1-1), anteriormente, como resultado de la reacción representada mediante la fórmula (59), a continuación:



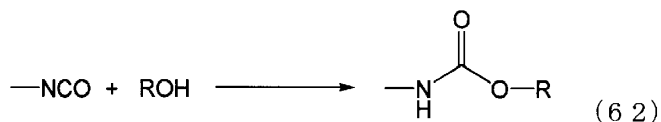
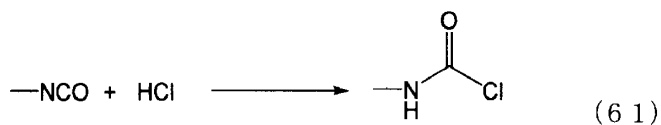
35

Además, en el caso de que el derivado de ácido carbónico sea un fosgeno, el compuesto de urea y el compuesto que presenta el grupo amino se someten a una reacción representada mediante la fórmula (60), a continuación, generando un compuesto carbonilo representado mediante la fórmula (1-1), anteriormente:



40

Por otra parte, el compuesto que presenta el grupo isocianato (grupo -NCO) reacciona con ácido clorhídrico (HCl) generado como resultado de la fórmula (60) anteriormente, y/o debido a que la reacción se lleva a cabo en coexistencia de un compuesto hidroxilo, con dicho compuesto hidroxilo, generando compuestos carbonilo representados mediante la fórmula (1-1), anteriormente, y/o la fórmula (1-2), anteriormente (las fórmulas (61) y (62), a continuación):



5

en la que:

ROH representa un compuesto hidroxilo.

10

Tal como se ha indicado anteriormente, se supone que, en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, se producen dos tipos de compuestos, presentando cada uno un grupo carbonilo representado mediante la fórmula (1-1), anteriormente, a partir de un único compuesto que presenta un enlace urea. Según el método de producción de la presente realización, mediante el calentamiento del compuesto que presenta el enlace urea a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica, se induce la reacción de disociación térmica del enlace urea y de esta manera se genera un compuesto que presenta un grupo amino, y después, se hace reaccionar un derivado de ácido carbónico con el compuesto que presenta el grupo amino, obteniendo un compuesto que presenta un grupo carbonilo.

15

< Temperatura de disociación térmica >

20

La expresión “temperatura de disociación térmica” se utiliza en la presente realización para referirse a una temperatura a la que avanza la de disociación térmica del compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1), anteriormente. En general, en un método de medición del peso de una muestra como función de la temperatura durante la modificación o mantenimiento de la temperatura de la muestra según un programa determinado, se mide como la temperatura que causa una reducción del peso del compuesto. Al calentar una muestra a una tasa de elevación de la temperatura de 10°C/min bajo una corriente de gas inerte, tal como nitrógeno, helio o argón, se define la temperatura a la que se produce una reducción de peso de 3%, y más claramente, de 5%, respecto al peso de la muestra añadida, como la temperatura de disociación térmica.

25

30

En este caso, dependiendo de los tipos de compuesto utilizados, la ‘reducción de peso’ anteriormente indicada no sólo es una reducción de peso causada por la disociación térmica de un enlace urea (-NHCONH-) que constituye el compuesto representado mediante la fórmula (1), anteriormente, sino también una reducción de peso causada por la disociación térmica de grupos funcionales diferentes del enlace urea que constituye el compuesto anteriormente indicado. Preferentemente se adopta una reducción de peso causada por la disociación térmica del enlace urea. En este caso, como método para determinar qué grupos se disocian térmicamente, el enlace urea o los grupos funcionales diferentes del enlace urea que constituye el compuesto anteriormente indicado, puede aplicarse un método que comprende introducir gas de escape procedente de un aparato termogravimétrico en un espectroscopio de masas y después analizar el ingrediente contenido en el gas de escape. Además, dependiendo de los tipos de compuesto utilizados, existe el caso de que, aunque se produzca la disociación térmica del enlace urea, no se observa la reacción de disociación térmica en forma de una reducción de peso debido a que el peso molecular del producto de disociación térmica es grande (debido a que el punto de ebullición de dicho producto de disociación térmica es elevado en muchos casos). En dicho caso, según métodos tales como el análisis térmico diferencial o la calorimetría diferencial de barrido, la temperatura a la que se observa una reacción endotérmica con la reacción de disociación térmica, puede definirse como una temperatura de disociación térmica. Con el fin de garantizar una precisión más elevada, también puede aplicarse un método de combinación de dicho análisis térmico diferencial o calorimetría diferencial de barrido con un aparato termogravimétrico. Además, se observa la reacción de disociación térmica del enlace urea durante el calentamiento utilizando un espectrofotómetro de infrarrojo cercano o un espectrofotómetro de Raman, a continuación se cuantifica el enlace urea y puede definirse una temperatura a la que se produce una reducción de peso de 3%, y más claramente, de 5% respecto al peso de la muestra añadida, como la temperatura de disociación térmica.

40

45

< Condiciones de reacción >

50

La reacción del compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1), anteriormente, con un derivado de ácido carbónico se lleva a cabo en un estado en que se calientan a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea del compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1), anteriormente. La “temperatura de disociación térmica” es una temperatura tal como se ha definido anteriormente, y es preferentemente de entre 100°C o superior y 350°C o inferior. En el caso de que la temperatura de disociación térmica es excesivamente baja, la velocidad de reacción de disociación térmica se vuelve baja y, en consecuencia, se deteriora la eficiencia de la reacción. En contraste, en el caso de que la temperatura de disociación térmica sea excesivamente elevada, induce reacciones de desnaturalización de grupos isocianato o grupos amino

generados como resultado de la reacción de disociación térmica. De acuerdo con lo anterior, la temperatura de disociación térmica es más preferentemente de entre 120°C o superior y 330°C o inferior, y más preferentemente de entre 140°C o superior y 300°C o inferior.

5 La cantidad de derivado de ácido carbónico utilizado depende del tipo de derivado de ácido carbónico o de las condiciones de reacción. El número de derivados de ácido carbónico es preferentemente de 5 o menos respecto al número de enlaces urea del compuesto que presenta enlaces urea en muchos casos. Con el fin de incrementar la velocidad de reacción para conseguir una eficiencia de reacción elevada, la cantidad de derivado de ácido carbónico es preferentemente elevada. Sin embargo, en caso de que se utilice una cantidad extremadamente en exceso de derivado de ácido carbónico, puede ocurrir que induzca reacciones secundarias, tales como la N-alquilación. De acuerdo con lo anterior, el número de derivados de ácido carbónico se fija en preferentemente 3 o menos, y más preferentemente en 2 o menos, respecto al número de enlaces urea del compuesto que presenta enlaces urea.

15 La reacción del compuesto que presenta el enlace urea con el derivado de ácido carbónico preferentemente se lleva a cabo en presencia de un solvente. El tipo de dicho solvente no se encuentra particularmente limitado, con la condición de que sea un compuesto que sea capaz de disolver el compuesto que presenta el enlace urea y el derivado de ácido carbónico y sea estable a la temperatura de reacción. Pueden utilizarse los mismos solventes que los indicados en la sección < Compuesto que presenta grupo ureido >, o alcoholes y compuestos hidroxilo aromáticos indicados en la sección < Compuesto hidroxilo >. En particular, preferentemente se utilizan compuestos hidroxilo aromáticos, en el aspecto de que el compuesto que presenta el enlace urea es altamente soluble en los mismos y en el aspecto de que presentan un efecto elevado de estabilización del compuesto que presenta un grupo amino generado como resultado de la reacción de disociación térmica del enlace urea. Además, tal como se indica posteriormente, en el caso en que se produce un éster de ácido carbámico N-sustituido a partir de la reacción de una amina primaria orgánica con un derivado de ácido carbónico y en que, simultáneamente, se produce un éster de ácido carbámico N-sustituido a partir de la reacción de un compuesto que presenta un enlace urea generado como producto secundario con el derivado de ácido carbónico, puede utilizarse como solvente en la presente reacción un solvente utilizado en la reacción de la amina primaria orgánica con el derivado de ácido carbónico, o un compuesto hidroxilo que se utiliza en una cantidad en exceso.

30 La presente reacción se lleva a cabo bajo cualquier condición de entre una presión comprimida, una presión ordinaria y una presión reducida. Además, la presente reacción se lleva a cabo preferentemente en una atmósfera de gas inerte, tal como nitrógeno, argón, helio o neón.

35 Como aparato de reacción, pueden utilizarse recipientes de reacción convencionalmente conocidos, tales como un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un recipiente de reacción de tipo columna, una columna de destilación, una columna empaquetada y un destilador de película delgada, en combinación, según resulte apropiado. Con el fin de mantener constante la temperatura de reacción, puede incorporarse un dispositivo de refrigeración y/o dispositivo de calentamiento conocido. Además, los materiales utilizados para el recipiente de reacción no se encuentran particularmente limitados. Pueden utilizarse materiales conocidos. Entre los ejemplos del material que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen vidrio, acero inoxidable, acero de carbono, Hastelloy, un material de base revestido de vidrio y un material base recubierto con Teflon (marca comercial registrada).

45 < Reacción en columna de destilación >

Desde el punto de vista del incremento de la eficiencia de reacción, la etapa (X) en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización se lleva a cabo en una columna de destilación.

50 El tipo de columna de destilación puede ser una columna empaquetada o una columna de platos. Puede seleccionarse según la forma de reacción o las condiciones de reacción.

Además, la etapa (X) en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización se lleva a cabo utilizando una columna de destilación que comprende un puerto de suministro A, un puerto de suministro B y un puerto de descarga C.

55 La columna de destilación preferentemente comprende un rehervidor utilizado para post-calentamiento y vaporización de materias primas que deben destilarse, y un condensador que se utiliza para enfriar, condensar y recuperar un destilado, además de una parte de columna como cuerpo principal. La columna de destilación más preferentemente comprende un condensador. El tipo de condensador comprendido en la columna de destilación no se encuentra particularmente limitado. Puede utilizarse un condensador conocido. Por ejemplo, pueden utilizarse en combinación, según resulte apropiado, condensadores conocidos convencionalmente, tales como un condensador cilíndrico multitubular, un condensador de doble tupo, un condensador de tubo único y un condensador refrigerado por aire. El condensador puede integrarse dentro de la columna de destilación o también puede integrarse fuera de la columna de destilación y puede conectarse a la columna de destilación mediante una tubería. Respecto al tipo de columna de destilación o condensador, y método de manipulación del condensado, pueden adoptarse diversas formas.

Los materiales para la columna de destilación y el condensador no se encuentran particularmente limitados. Pueden utilizarse materiales conocidos. Entre los ejemplos del material que puede utilizarse en la presente memoria se incluyen vidrio, acero inoxidable, acero de carbono, Hastelloy, un material de base revestido de vidrio y un material base recubierto con Teflon (marca comercial registrada). SUS304, SUS316 y SUS316L son económicos y, de esta manera, pueden utilizarse preferentemente. Los aparatos de instrumentación, tales como un caudalímetro y un termómetro, y pueden añadirse aparatos de procesamiento conocidos, tales como un rehervidor, una bomba y un condensador, según resulte necesario. El calentamiento puede llevarse a cabo mediante métodos conocidos, tales como con vapor y un calentador. Para el enfriamiento, pueden utilizarse métodos conocidos, tales como el enfriamiento natural, la utilización de agua de refrigeración y la utilización de solución hipersalina. También pueden añadirse otras etapas al método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, según se requiera. Por ejemplo, pueden añadirse etapas y aparatos, tales como una etapa de eliminación del amonio generado, una etapa de disolución del derivado de ácido carbónico en el compuesto hidroxilo, o una etapa de fusión del compuesto hidroxilo, en la medida en que pueden concebirse en el presente campo técnico.

A continuación en la presente memoria, se proporciona un ejemplo de un método para producir un compuesto carbonilo a partir del compuesto que presenta el enlace urea, utilizando una columna de destilación.

La columna de reacción-destilación que se utiliza en la presente realización es una columna de destilación que comprende un puerto de suministro A, un puerto de suministro B y un puerto de descarga C.

En la presente memoria, el puerto de suministro A es un puerto de suministro para suministrar ingredientes de materia prima que contienen el compuesto que presenta el enlace urea y/o ingredientes de materia prima que contienen una materia prima para producir el compuesto que presenta el enlace urea (un precursor del compuesto que presenta el enlace urea). Dichos precursores del compuesto que presenta el enlace urea incluyen los compuestos anteriormente indicados. Entre otros, dichos precursores son preferentemente una amina primaria orgánica y un derivado de ácido carbónico, y más preferentemente un compuesto que presenta un grupo ureido representado mediante la fórmula (4) a continuación:



Los ingredientes de materia prima que deben suministrarse mediante el puerto de suministro A contienen además un compuesto hidroxilo.

El puerto de suministro B es un puerto de suministro para suministrar un derivado de ácido carbónico que debe hacerse reaccionar con el compuesto que presenta el enlace urea. Resulta preferente suministrar un compuesto hidroxilo mediante el puerto de suministro B a la columna de destilación.

El puerto de descarga C es un puerto de descarga para descargar a partir de la columna de destilación una mezcla que contiene un compuesto carbonilo generado como resultado de la reacción del compuesto que presenta el enlace urea con el derivado de ácido carbónico bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea.

En el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización,

los ingredientes de materia prima que deben suministrarse mediante el puerto de suministro A son una combinación (i) o (ii) indicada posteriormente, y una mezcla recuperada por el puerto de descarga C contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilo:

combinación (i): una amina primaria orgánica, urea y un compuesto hidroxilo, o combinación (ii): un compuesto hidroxilo y un compuesto que presenta un grupo ureido representado por la fórmula (4) a continuación:



En el caso de que los ingredientes de materia prima de la combinación (i) anteriormente indicada se suministren mediante por lo menos un puerto de suministro A a la columna de destilación, se genera un compuesto que presenta un enlace urea mediante el método (i) del método (1) anteriormente indicado.

5 Los ingredientes de materia prima de la combinación (i) anteriormente indicada pueden suministrarse en forma de una mezcla de una amina primaria orgánica, urea y un compuesto hidroxilo por un puerto de suministro A. Alternativamente, los ingredientes de materia prima de la combinación (i) anteriormente indicada también pueden suministrarse en forma de dos tipos de mezcla, es decir, una mezcla de una amina primaria orgánica y un compuesto hidroxilo, y una mezcla de urea y un compuesto hidroxilo, mediante dos o más puertos de suministro A.

10 En el caso de que los ingredientes de materia prima de la combinación anteriormente indicada (i) se suministren por el puerto de suministro A en la columna de destilación, como derivado de ácido carbónico para el suministro por el puerto de suministro B, puede utilizarse cualquiera de entre la urea anteriormente indicada, éster de ácido carbónico, éster de ácido carbámico N-no sustituido y fosgeno. Preferentemente, se utiliza por lo menos un compuesto seleccionado de urea, éster de ácido carbónico y un éster de ácido carbámico N-no sustituido. Considerando la fácil disponibilidad para el uso industrial o la fácil reciclabilidad después de la recuperación del derivado de ácido carbónico a partir de un condensador integrado en la columna de destilación, preferentemente se utiliza la misma urea que la contenida en los ingredientes de materia prima de la combinación (i) anteriormente indicada. Además, el derivado derivado de ácido carbónico preferentemente se suministra en forma de una mezcla de derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxilo por el puerto de suministro B. Considerando la fácil reciclabilidad después de la recuperación del compuesto hidroxilo a partir de un condensador integrado en la columna de destilación, el compuesto hidroxilo utilizado en ese tiempo es preferentemente un compuesto hidroxilo del mismo tipo que el contenido en los ingredientes de materia prima de la combinación (i) anteriormente indicada.

25 Por otra parte, en el caso de que los ingredientes de materia prima de la combinación (ii) anteriormente indicada se suministren por como mínimo un puerto de suministro A en la columna de destilación, se genera un compuesto que presenta un enlace urea mediante la etapa (C) en el método (ii) del método (1) anteriormente indicado.

30 El compuesto que presenta el grupo ureido representado mediante la fórmula (4), anteriormente, en los ingredientes de materia prima de la combinación (ii) anteriormente indicada es, tal como se ha indicado anteriormente, preferentemente el compuesto que presenta el grupo ureido representado mediante la fórmula (47), anteriormente, y más preferentemente el compuesto que presenta el grupo ureido producido mediante etapas que incluyen la etapa (B) del método (ii) anteriormente indicado. Tal como se ha indicado anteriormente, puede existir el caso en que se genera un compuesto que presenta un enlace urea en la etapa (B) anteriormente indicada. Sin embargo, no existen problemas en el caso de que el compuesto que presenta el enlace urea se encuentre contenido en los ingredientes de materia prima.

40 En el caso de que los ingredientes de materia prima de la combinación anteriormente indicada (ii) se suministren por el puerto de suministro A en la columna de destilación, como derivado de ácido carbónico para el suministro por el puerto de suministro B, puede utilizarse cualquiera de entre la urea anteriormente indicada, éster de ácido carbónico, éster de ácido carbámico N-no sustituido y fosgeno. Preferentemente, se utiliza por lo menos un compuesto seleccionado de urea, éster de ácido carbónico y un éster de ácido carbámico N-no sustituido. Considerando la fácil disponibilidad para el uso industrial o la fácil reciclabilidad después de la recuperación del derivado de ácido carbónico a partir de un condensador integrado en la columna de destilación, preferentemente se utiliza la misma urea que la contenida en los ingredientes de materia prima de la combinación (i) anteriormente indicada. Además, el derivado de ácido carbónico preferentemente se suministra por el puerto de suministro B en forma de una mezcla del derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxilo. Considerando la fácil reciclabilidad después de la recuperación del compuesto hidroxilo a partir de un condensador integrado en la columna de destilación, el compuesto hidroxilo utilizado en ese momento es preferentemente un compuesto hidroxilo del mismo tipo que el contenido en los ingredientes de materia prima de la combinación (i) anteriormente indicada.

Además, en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización,

55 los ingredientes de materia prima que deben suministrarse mediante el puerto de suministro A se indican mediante la combinación (iii): una amina primaria orgánica, un éster de ácido carbónico y un compuesto hidroxilo, y una mezcla recuperada por el puerto de descarga C contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilo.

60 En el caso de que los ingredientes de materia prima de la combinación (iii) anteriormente indicada se suministren mediante por lo menos un puerto de suministro A a la columna de destilación, se genera un compuesto que presenta un enlace urea mediante el método (2) anteriormente indicado.

65 Los ingredientes de materia prima que deben suministrarse por el puerto de suministro A pueden suministrarse en forma de una mezcla de una amina primaria orgánica y un éster de ácido carbónico por el puerto de suministro A. Alternativamente, la amina primaria orgánica y el éster de ácido carbónico también pueden suministrarse por diferentes puertos de suministro A. Los ingredientes de materia prima que deben suministrarse por el puerto de suministro A

5 pueden suministrarse en forma de una mezcla de ingredientes de materia prima y un compuesto hidroxilo. En el caso de que se utilice el éster de ácido carbónico representado mediante la fórmula (8), anteriormente, por ejemplo como éster de ácido carbónico en la presente memoria, el compuesto hidroxilo utilizado en ese tiempo es preferentemente un compuesto hidroxilo representado por Y^1OH y/o Y^2OH desde el punto de vista de la reducción de los tipos de compuesto que deben manipularse.

10 En el caso de que los ingredientes de materia prima de la combinación anteriormente indicada (iii) se suministren por el puerto de suministro A en la columna de destilación, como derivado de ácido carbónico para el suministro por el puerto de suministro B, puede utilizarse cualquiera de entre la urea anteriormente indicada, éster de ácido carbónico, éster de ácido carbámico N-no sustituido y fosgeno. El éster de ácido carbónico es preferentemente por lo menos un compuesto seleccionado de entre urea, un éster de ácido carbónico y un éster de ácido carbámico N-no sustituido, y más preferentemente un éster de ácido carbámico del mismo tipo que el utilizado en los ingredientes de materia prima de la combinación (iii) anteriormente indicada. Además, el derivado de ácido carbónico preferentemente se suministra en forma de una mezcla de derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxilo por el puerto de suministro B.

15 Considerando la fácil reciclabilidad después de la recuperación del compuesto hidroxilo a partir de un condensador integrado en la columna de destilación, tal como se ha indicado anteriormente, en el caso de que se utilice el éster de ácido carbónico representado mediante la fórmula (8), anteriormente, como éster de ácido carbónico, preferentemente se utiliza el compuesto hidroxilo representado por Y^1OH y/o Y^2OH , desde el punto de vista de la reducción de los tipos de compuesto que deben manipularse.

20 Además, en el método de producción del compuesto carbonilo de la presente realización,

25 los ingredientes de materia prima que deben suministrarse por el puerto de suministro A son una combinación (iv): un copolímero de poliuretano-urea y un compuesto hidroxilo, y una mezcla recuperada por el puerto de descarga C contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilo.

30 Una única columna de destilación puede comprender por lo menos un puerto de suministro A o puede comprender una pluralidad de puertos de suministro A.

35 La posición en que se integra el puerto de suministro A es un plato que es uno o más platos más alto que el plato más bajo de la columna de destilación (uno o más platos más alto que el plato más bajo en un plato teórico en una columna empacotada), preferentemente tres o más platos más alto que el plato más bajo de la misma (tres o más platos más alto que el plato más bajo en un plato teórico en una columna empacotada) y más preferentemente cinco o más platos más alto que el plato más alto de la misma (cinco o más platos más alto que el plato más bajo en un plato teórico en una columna empacotada).

40 Una única columna de destilación puede comprender por lo menos un puerto de suministro B. De otra manera, una única columna de destilación puede comprender una pluralidad de puertos de suministro B y puede suministrarse un derivado de ácido carbónico mediante dicha pluralidad de puertos de suministro B. Resulta preferente suministrar una mezcla de un derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxilo por una pluralidad de puertos de suministro B a la columna de destilación.

45 En una columna de destilación, se dispone por lo menos un puerto de suministro B en la misma posición que la posición en que se dispone el puerto de suministro A, o en una posición inferior a la del puerto de suministro A (el mismo plato en que se dispone el puerto de suministro A, o un plato más bajo que el plato en que se dispone el puerto de suministro A, en una columna de platos, y el mismo plato teórico que el plato en que se dispone el puerto de suministro A, o un plato teórico más bajo que el plato en que se dispone el puerto de suministro A, en una columna empacotada). Preferentemente, el puerto de suministro B se dispone en una posición uno o más platos más baja que la del puerto de suministro A (uno o más platos más baja que el puerto de suministro A en un plato teórico en una columna empacotada), más preferentemente tres o más platos más baja que la del puerto de suministro A (tres o más platos más baja que el puerto de suministro A en un plato teórico en una columna empacotada) y más preferentemente cinco o más platos más baja que la del puerto de suministro A (cinco o más platos más baja que el puerto de suministro A en un plato teórico en una columna empacotada).

55 El puerto de suministro C se dispone en la misma posición que la posición en que se dispone el puerto de suministro B, o en una posición inferior a la del puerto de suministro B (el mismo plato en que se dispone el puerto de suministro B, o un plato más bajo que el plato en que se dispone el puerto de suministro B, en una columna de platos, y el mismo plato teórico que el plato en que se dispone el puerto de suministro B, o un plato teórico más bajo que el plato en que se dispone el puerto de suministro B, en una columna empacotada). Preferentemente, el puerto de suministro C se dispone en una posición uno o más platos más baja que la del puerto de suministro B (uno o más platos más baja que el puerto de suministro B en un plato teórico en una columna empacotada), más preferentemente tres o más platos más baja que la del puerto de suministro B (tres o más platos más baja que el puerto de suministro B en un plato teórico en una columna empacotada) y más preferentemente cinco o más platos más baja que la del puerto de suministro B (cinco o más platos más baja que el puerto de suministro B en un plato teórico en una columna empacotada).

El compuesto que debe suministrarse por el puerto de suministro A es una mezcla que contiene un compuesto que presenta un enlace urea, o una mezcla que contiene materias primas utilizadas para producir el compuesto que presenta el enlace urea.

5 En el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, la etapa (X) se lleva a cabo utilizando una columna de destilación que comprende un puerto de suministro A, un puerto de suministro B y un puerto de descarga C, en el que la etapa (X) comprende una etapa de:

10 suministrar ingredientes de materia prima que contienen el compuesto que presenta el enlace urea, o ingredientes de materia prima que contienen un precursor del compuesto que presenta el enlace urea, a la columna de destilación mediante por lo menos un puerto de suministro A, suministrar el derivado de ácido carbónico a la columna de destilación mediante por lo menos un puerto de suministro B, y
 15 recuperar una mezcla generada que comprende un compuesto carbonilo mediante por lo menos un puerto de descarga C dispuesto en la parte inferior de la columna de destilación, y el por lo menos un puerto de suministro B está dispuesto en una posición igual o inferior a la del puerto de suministro A, el por lo menos un puerto de suministro C está dispuesto en una posición igual o inferior a la del puerto de suministro B, y
 20 una temperatura de la columna de destilación a una altura del puerto de suministro B es igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea en el compuesto que presenta el enlace urea.

25 A continuación en la presente memoria, en primer lugar se describe el caso de suministrar una mezcla que contiene un compuesto que presenta un enlace urea por el puerto de suministro A a la columna de destilación.

El compuesto que presenta el enlace urea suministrado por el puerto de suministro A en la columna de destilación preferentemente se suministra en forma de una mezcla del compuesto y un solvente. También puede adoptarse un método de fusión del compuesto que presenta el enlace urea y después el suministro del mismo en estado líquido por el puerto de suministro A. Sin embargo, el compuesto que presenta el enlace urea presenta un punto de fusión más alto en muchos casos, y en tales casos, el compuesto que presenta el enlace urea debe retenerse a temperatura elevada para fusionarlo. En el caso de que el compuesto que presenta el enlace urea se retenga a una temperatura elevada, pueden producirse en algunos casos reacciones secundarias impredecibles. De esta manera, el compuesto que presenta el enlace urea preferentemente se suministra en forma de una mezcla del compuesto y un solvente. El tipo de solvente utilizado no se encuentra particularmente limitado. Entre los ejemplos de dicho solvente se incluyen:

alcanos, tales como hexano, heptano, octano, nonano y decano, hidrocarburos aromáticos, tales como benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, diisopropilbenceno, dibutilbenceno y naftaleno,
 40 compuestos aromáticos sustituidos con halógeno o un grupo nitro, tales como clorobenceno, diclorobenceno, bromobenceno, dibromobenceno, cloronaftaleno, bromonaftaleno, nitrobenceno y nitronaftaleno, compuestos de hidrocarburo policíclico, tales como difenilo, difenilo sustituido, difenilmetano, terfenilo, antraceno y dibenciltolueno,
 45 hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, ciclopentano, ciclooctano y etilciclohexano, alcoholes alicíclicos, tales como ciclohexanol, ciclopentanol y ciclooctanol, cetonas, tales como metil-etil-cetona y acetofenona, ésteres, tales como ftalato de dibutilo, ftalato de dihexilo, ftalato de dioctilo y ftalato de bencilbutilo, éteres y tioéteres, tales como éter difenílico y sulfuro de difenilo, y sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido y difenilsulfóxido. Estos solventes pueden utilizarse según los tipos de compuesto que se utilizarán (un compuesto que presenta un enlace urea, o un derivado de ácido carbónico) o las condiciones de reacción.

Además, como solvente utilizado para el compuesto que presenta el enlace urea, se utilizan más preferentemente los compuestos hidroxilo anteriormente indicados (alcohol y un compuesto hidroxilo aromático). Inesperadamente, estos compuestos presentan un efecto de estabilizar moderadamente el enlace urea del compuesto que presenta el enlace urea. Un compuesto hidroxilo aromático tiende a presentar un efecto más elevado de estabilización del enlace urea en muchos casos. El motivo por el que el compuesto hidroxilo aromático presenta dicho efecto no ha sido clarificado. Los presentes inventores suponen que el compuesto hidroxilo se localiza próximo al enlace urea debido a un enlace de hidrógeno, por lo que suprime la aproximación de compuestos cada uno de los cuales presenta un enlace urea y, de esta manera, suprime una reacción secundaria entre compuestos cada uno de los cuales presenta enlace urea.

La cantidad del solvente utilizado es diferente según los tipos de compuestos que deben utilizarse o las condiciones de reacción. Considerando la solubilidad de los compuestos que deben utilizarse, el solvente se utiliza en una proporción estequiométrica de 1:1 o superior, y más preferentemente de 5:1 o superior, respecto al número de enlaces urea en el compuesto que presenta enlaces urea. Por otra parte, considerando el tamaño del recipiente de reacción, el solvente se utiliza en una proporción estequiométrica de 500:1 o inferior, y más preferentemente de 300:1 o inferior.

El derivado de ácido carbónico suministrado por el puerto de suministro B a la columna de destilación preferentemente se suministra en forma de mezcla de derivado y solvente. También puede adoptarse un método de fusión del derivado de ácido carbónico y después suministrarlo en estado líquido por el puerto de suministro B. Sin embargo, en muchos casos, el derivado de ácido carbónico presenta un punto de fusión elevado y tiende a inducir una reacción pirolítica en torno al punto de fusión. De esta manera, en el caso de que se retenga el derivado de ácido carbónico a una temperatura elevada con el fin de fundirlo, se da el caso de que el derivado de ácido carbónico desaparece como resultado de la reacción pirolítica. De acuerdo con lo anterior, resulta preferente utilizar un solvente adecuado y que se suministre un derivado de ácido carbónico a la columna de reacción-destilación en el estado de solución. El tipo de solvente utilizado no se encuentra particularmente limitado. Pueden utilizarse los mismos solventes que los ejemplificados anteriormente como solventes utilizados para suministrar el compuesto que presenta el enlace urea por el puerto de suministro A. Entre ellos, preferentemente se utiliza un compuesto hidroxilo. Dicho compuesto hidroxilo no sólo presenta el efecto de disolver a nivel elevado un derivado de ácido carbónico sino que inesperadamente presenta el efecto de estabilizar moderadamente el derivado de ácido carbónico. Un compuesto hidroxilo aromático tiende a presentar un efecto más elevado de estabilización del derivado de ácido carbónico en muchos casos. El motivo por el que el compuesto hidroxilo aromático presenta dicho efecto no ha sido clarificado. Los presentes inventores han supuesto que el compuesto hidroxilo se encuentra situado más próximo al grupo carbonilo del derivado de ácido carbónico debido a un enlace de hidrógeno, de manera que suprime la aproximación de los derivados de ácido carbónico y, de esta manera, suprime una reacción secundaria entre los derivados de ácido carbónico. La cantidad de solvente utilizada es diferente según los tipos de compuesto que deben utilizarse o las condiciones de reacción. El solvente se utiliza en una proporción estequiométrica de 1:1 o superior, y más preferentemente de 2:1 o superior, respecto a la cantidad de derivado de ácido carbónico.

En la columna de destilación, la temperatura de la posición del puerto de suministro B por el que el derivado de ácido carbónico debe suministrarse (en el mismo plato en una columna de platos, mientras que en el mismo plato teórico en una columna empaquetada) se fija a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea del compuesto representado mediante la fórmula (1), anteriormente, preferentemente 5°C o más superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea del compuesto representado mediante la fórmula (1), anteriormente, y más preferentemente 10°C o más superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea del compuesto representado mediante la fórmula (1), anteriormente. Se supone que, mediante la fijación de la temperatura de la posición del puerto de suministro B, es decir, la temperatura de la posición por la que debe suministrarse el derivado de ácido carbónico, a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea, tal como se ha indicado anteriormente, el enlace urea del compuesto que presenta el enlace urea puede someterse a disociación térmica y, como resultado, el compuesto generado que presenta un grupo amino puede hacerse reaccionar con el derivado de ácido carbónico. En la presente reacción, resulta importante permitir la coexistencia de un derivado de ácido carbónico en un sistema en el que el enlace urea se somete a disociación térmica, tal como se ha indicado anteriormente. Un método que comprende fijar la temperatura de la posición en la que el puerto de suministro B está dispuesto en la columna de reacción-destilación, en una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea y después se suministra el derivado de ácido carbónico por el puerto de suministro B, es uno de los métodos que satisface las condiciones anteriormente indicadas.

La presión de reacción en la columna de destilación es diferente según la composición del sistema de reacción, la temperatura, el método de eliminación del amonio o el aparato de reacción. La presión de reacción puede fijarse en una presión reducida, en una presión ordinaria o en una presión comprimida. En general, la presión de reacción se encuentra comprendida preferentemente en el intervalo de 0,01 kPa a 10 MPa (presión absoluta). Considerando la facilitación de la producción industrial, resulta preferente una presión reducida o una presión ordinaria, y la presión se encuentra comprendida en el intervalo de 0,01 kPa a 100 kPa (presión absoluta), más preferentemente 0,03 kPa a 80 kPa, y más preferentemente 0,05 kPa a 50 kPa.

En la reacción realizada en la columna de destilación, para el fin de incrementar la velocidad de reacción, por ejemplo, puede utilizarse un catalizador. Entre los ejemplos de dicho catalizador que puede utilizarse preferentemente en la presente memoria se incluyen: catalizadores básicos, tales como metilato, etilato y butilato de litio, sodio, potasio, calcio y bario; cuerpos individuales de elementos tierras raras, antimonio y bismuto, y los óxidos, sulfuros y sales de estos elementos; boro como cuerpo individual y compuestos de boro; los metales de elementos de cobre, elementos de cinc, elementos de aluminio, elementos de carbono y elementos de titanio en la tabla periódica, y los óxidos metálicos y sulfuros de los mismos, y los carburos y nitruros de elementos de carbono, elementos de titanio, elementos de vanadio y elementos de cromo, diferentes del carbono, en la tabla periódica. Existen muchos casos en los que, en caso de utilizarse dicho catalizador, éste debe eliminarse después. De esta manera, la reacción se lleva a cabo preferentemente sin utilizar dichos catalizadores. En el caso de que se utilice un catalizador, puede eliminarse después de completarse la reacción. Como método de eliminación del catalizador, puede aplicarse un método conocido. Pueden aplicarse preferentemente métodos tales como la separación mediante membranas, separación mediante destilación o cristalización.

El tiempo de reacción en la columna de destilación (que es un tiempo de retención, en el caso de una reacción continua) es diferente según la composición del sistema de reacción, la temperatura de reacción, el aparato de reacción o la presión de reacción. Es generalmente de 0,01 a 100 horas. El tiempo de reacción puede determinarse

basándose en la cantidad generada del compuesto de interés. Por ejemplo, se muestrea la solución de reacción, seguidamente se confirma que el compuesto carbonilo de interés puede obtenerse con un rendimiento deseado, por ejemplo con un rendimiento de 90% o superior, y después, la reacción puede terminarse. En el caso de que se suministre un derivado de ácido carbónico mediante un único puerto de suministro B, seguidamente se lleva a cabo la reacción; en el caso de que el compuesto de interés no pueda obtenerse en un rendimiento suficiente deseado, entonces también puede adoptarse un método de establecimiento de puertos de suministro B en múltiples posiciones en la columna de reacción-destilación, seguido de la realización de tanto la reacción de disociación térmica del enlace urea del compuesto que presenta el enlace urea como la reacción del grupo amino generado con el derivado de ácido carbónico en múltiples sitios.

Tal como se muestra en las fórmulas (55) y (59), anteriormente, en el caso de que se utilice éster de ácido carbámico N-no sustituido y/o urea como uno o más derivados de ácido carbónico, se genera amonio. El amonio generado reacciona con el compuesto carbonilo como compuesto de interés, de manera que el rendimiento del compuesto carbonilo se reduce en muchos casos. De esta manera, resulta preferente eliminar rápidamente dicho amonio del sistema de reacción para evitar que el amonio se retenga en la columna de reacción-destilación. El intervalo preferente de presiones es el indicado anteriormente. También desde el punto de vista anteriormente indicado, la presión de reacción es preferentemente una presión reducida o una presión ordinaria.

Con el fin de incrementar la eficiencia de destilación del amonio, se lleva a cabo preferentemente la reacción, durante la ebullición del solvente. También puede adoptarse un método que comprende introducir gas inerte en la columna de reacción-destilación y después acompañar el amonio generado sucesivamente como resultado de la reacción en un estado gaseoso con el gas inerte para separar el amonio del sistema de reacción. Como tal gas inerte, puede utilizarse nitrógeno, helio, argón, dióxido de carbono, metano, etano o propano, individualmente o en combinación.

Como adsorbentes utilizados en el método que implica la separación adsorptiva, pueden utilizarse adsorbentes que pueden utilizarse bajo condiciones de temperatura en las que se lleva a cabo la presente reacción, tales como sílice, alúmina, diversos tipos de zeolita y tierras diatomáceas. Estos métodos de eliminación de amonio del sistema de reacción pueden aplicarse, individualmente o en combinación con múltiples tipos de métodos.

Preferentemente, en el método de producción del compuesto carbonilo de la presente realización,

la columna de destilación comprende además un condensador, el método comprende además una etapa de condensación de una porción de gas descargada del tope de la columna de destilación utilizando el condensador para obtener un condensado, un compuesto hidroxilo se suministra adicionalmente a la columna de destilación mediante el puerto de suministro A y/o el puerto de suministro B, el derivado de ácido carbónico que debe suministrarse mediante el puerto de suministro B es urea y/o un éster de ácido carbámico N-no sustituido, el gas descargado desde el tope de la columna de destilación comprende un compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o un compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado del compuesto que presenta el enlace urea, un compuesto hidroxilo y amonio, y el condensado comprende un compuesto que presenta un grupo carbonilo y un compuesto hidroxilo.

El método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización es preferentemente un método de producción, en el que la columna de reacción-destilación comprende el condensador anteriormente indicado en el caso de que se genere amonio como un producto secundario a partir de la reacción realizada en la columna de destilación, y en el que el método de producción comprende además: una etapa de descarga de gas que contiene un compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado de un derivado de ácido carbónico y/o un compuesto que presenta un enlace urea, un solvente y amonio, desde el tope de la columna de reacción-destilación y una etapa de condensación de una parte del gas descargado en la etapa anteriormente indicada utilizando el condensador para obtener un condensado que contiene el compuesto que presenta el grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea y el solvente.

Posteriormente se describe la manipulación del ingrediente gaseoso que contiene un solvente, un compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado de un derivado de ácido carbónico y amonio generados como productos secundarios a partir de la reacción, que se genera como resultado de la reacción en la columna de destilación.

En el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, resulta preferente que el gas que contiene un solvente, el compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado de un derivado de ácido carbónico y el amonio generados como productos secundarios en la reacción, que se descargan desde el tope de la columna de destilación, se introduzcan en el condensador integrado en la columna de destilación y que una parte o la totalidad del solvente y una parte o la totalidad del compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea, se condensen, obteniendo un condensado que contiene el compuesto que presenta el grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea, y el solvente. La cantidad de solvente contenida en el condensado se encuentra preferentemente en una proporción estequiométrica de 1:1 o superior respecto a la cantidad del compuesto que presenta el grupo carbonilo

derivado del derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea contenido en el condensado. Además, al recuperar el gas que contiene amonio a partir de un condensador, la proporción entre el número de grupos carbonilo (-C(=O)-) y el número de moléculas de amonio contenidas en el gas recuperado (el número de grupos carbonilo / el número de moléculas de amonio) es preferentemente 1:1 o inferior.

5 El "grupo carbonilo" en el gas recuperado se refiere a un grupo carbonilo del compuesto carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o del compuesto que presenta el enlace urea. De esta manera, no se encuentra incluido un grupo carbonilo del dióxido de carbono introducido como el gas inerte anteriormente indicado.

10 En la presente etapa, resulta preferente que el gas que contiene un solvente, el compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado de un derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta un enlace urea, y el amonio generados como producto secundario de la reacción, se introduzcan en el condensador y que se condense una parte o la totalidad del solvente y el compuesto que presenta el grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea. En esta operación, el solvente que debe condensarse se utiliza en una proporción estequiométrica de preferentemente 1: 1 o superior respecto a la cantidad de compuesto que presenta el grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico que debe condensarse.

15 En la presente realización, el "compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea", que debe condensarse con un condensador, es un compuesto que presenta un grupo carbonilo que se deriva de un derivado de ácido carbónico suministrado por el puerto de suministro B y/o un compuesto que presenta un enlace urea suministrado por el puerto de suministro A. Incluye el derivado de ácido carbónico mismo utilizado como materia prima (un producto no reaccionado y/o un exceso obtenido en caso de utilizarse en exceso), presentando el compuesto el enlace urea mismo, un compuesto generado como resultado de la reacción de un compuesto hidroxil utilizado como solvente con un derivado de ácido carbónico, un compuesto generado como resultado de la reacción del compuesto hidroxil con el compuesto que presenta el enlace urea, y un compuesto generado como resultado de la reacción de dos derivados de ácido carbónico o dos compuestos cada uno de los cuales presenta un enlace urea.

20 Entre los ejemplos específicos del compuesto que presenta el grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea se incluye urea, ácido isocianico, biuret, isocianurato, un compuesto de urea, tal como un polímero de urea, un éster de ácido carbámico N-no sustituido en el que el grupo éster se deriva de un compuesto hidroxil y un éster de ácido carbónico en el que el grupo éster se deriva de un compuesto hidroxil.

25 El compuesto que presenta el grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea pueden cuantificarse mediante la detección del grupo carbonilo contenido en el compuesto según un método tal como la espectrofotometría de infrarrojos, la espectrofotometría de infrarrojo cercano, la espectrofotometría de Raman o la espectrofotometría de ultravioleta. Alternativamente, también puede cuantificarse mediante el análisis específico del compuesto generado según un método tal como la cromatografía de gases, la cromatografía líquida o la RMN. Muchos de estos compuestos, cada uno de los cuales presenta un grupo carbonilo derivado de derivados de ácido carbónico, presentan un punto de fusión elevado y, de esta manera, tienden a precipitar fácilmente.

30 En la operación de condensación, la cantidad de solvente que debe condensarse se fija preferentemente en 1: 1 o superior, a una proporción estequiométrica, respecto a la cantidad de compuesto que presenta el grupo carbonilo que debe condensarse, que se deriva del derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea, de manera que la mezcla del mismo puede convertirse en una mezcla líquida homogénea en el condensador. Como resultado, se facilita la manipulación de la mezcla y, simultáneamente, pueden evitarse problemas relativos a la adhesión y acumulación de ingredientes sólidos en el condensador.

35 Además, tal como se indica posteriormente, la determinación de la cantidad de solvente tal como se ha indicado anteriormente también resulta eficaz para fijar el compuesto que presenta el grupo carbonilo derivado del de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea, en una cantidad predeterminada o cantidad inferior, tal como se ha indicado anteriormente. La cantidad de solvente que debe condensarse se fija más preferentemente en 2: 1 o superior, y más preferentemente en 3: 1 o superior, en una proporción estequiométrica, respecto a la cantidad del compuesto que presenta el grupo carbonilo que debe condensarse, que se deriva del de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea. Con el fin de fijar la cantidad de solvente que debe condensarse en el intervalo anteriormente indicado, respecto a la cantidad del compuesto que presenta el grupo carbonilo que debe condensarse, que se deriva del derivado de ácido carbónico y/o del compuesto que presenta el enlace urea, el condensador preferentemente se mantiene a una temperatura inferior al punto de ebullición estándar del solvente en 90°C o más, punto en el que el compuesto hidroxil no se solidifica.

40 En el caso de que se recupera del condensador un gas que contiene amonio, el compuesto que presenta el grupo carbonilo que se deriva del derivado de ácido carbónico en el gas recuperado se fija en una cantidad predeterminada o cantidad inferior. Específicamente, la proporción entre el número de grupos carbonilo (-C(=O)-) y el número de moléculas de amonio en el gas recuperado es preferentemente de 1: 1 o inferior, más preferentemente de 0,5:1 o inferior, todavía más preferentemente de 0,1:1 o inferior, y particularmente preferentemente de 0,02 o inferior. El motivo

por el que la cantidad del compuesto que presenta el grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico en el gas recuperado se fija dentro de un intervalo predeterminado es para impedir que los ingredientes sólidos se adhieran y acumulan en la línea de transferencia del amonio en el condensador.

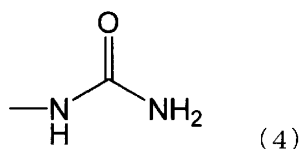
5 No pueden identificarse todos los ingredientes sólidos que se adhieren y acumulan en la línea de transferencia de amonio. Sin embargo, como resultado de estudios realizados por los presentes inventores, se encontró que muchos de ellos son compuestos cada uno de los cuales presenta un grupo carbonilo. Como método para impedir que dichos ingredientes sólidos se adhieran y acumulen en la línea anteriormente indicada, existe un método de calentamiento de la línea para transferir amonio y descomponer dichos compuestos, cada uno de los cuales presenta un grupo carbonilo. En los estudios realizados por los presentes inventores, los productos de descomposición (p.ej., ácido isociánico) se han polimerizado o han reaccionado con otros compuestos que presentan un grupo carbonilo en muchos casos. En consecuencia, ha resultado difícil evitar por completo que los ingredientes sólidos se adhieran y se acumulen en la línea. Además, se ha encontrado que, al calentar simplemente la línea, los compuestos que presentan un grupo carbonilo contenido en el amonio o los productos de descomposición de los mismos resultan desactivados, particularmente en la salida de la línea de transferencia de amonio (en la parte que se deja entrar en contacto con aire) y de esta manera se solidifican, de manera que las cantidades de ingredientes sólidos que se adhieren y acumulan en la misma se incrementan significativamente en muchos casos.

Los presentes inventores han llevado a cabo estudios intensivos sobre el problema anteriormente indicado. En consecuencia, los inventores han encontrado inesperadamente que el problema relativo a la adhesión y acumulación de ingredientes sólidos puede resolverse fijando la cantidad del compuesto que presenta el grupo carbonilo que se deriva del derivado de ácido carbónico en el gas recuperado en la cantidad predeterminada anteriormente indicada o cantidad inferior. El mecanismo para proporcionar dicho efecto todavía no ha sido clarificado. Los presentes inventores suponen que la adhesión y acumulación de ingredientes sólidos en la línea está causada por el compuesto que presenta el grupo carbonilo mismo, que se deriva del derivado de ácido carbónico, o los productos de descomposición y/o polimerización del compuesto que presenta el grupo carbonilo que se deriva del derivado de ácido carbónico. De esta manera, los inventores han considerado que el nivel de adhesión del compuesto que presenta el grupo carbonilo mismo, que se deriva del derivado de ácido carbónico, o la velocidad de reacción de descomposición y/o polimerización del compuesto, se reduce significativamente fijando la concentración del grupo carbonilo en una concentración predeterminada o inferior.

Con el fin de cuantificar el compuesto que presenta el grupo carbonilo que se deriva del derivado de ácido carbónico y/o del compuesto que presenta el enlace urea en amonio, pueden aplicarse diversos tipos de métodos conocidos. Por ejemplo, pueden aplicarse métodos tales como la cromatografía de gases, la cromatografía líquida, la RMN, la espectrofotometría de infrarrojo cercano o la espectrofotometría de ultravioleta.

Específicamente, el amonio que se encuentra en forma de gas puede introducirse directamente en un cromatógrafo de gases y seguidamente puede medirse, por ejemplo (es decir, la línea para transferir amonio puede conectarse directamente con un cromatógrafo de gases, seguido de la medición, o el gas amonio capturarse en una bolsa o recipiente de captura de gases, tal como una bolsa Tedlar, puede inyectarse en un cromatógrafo de fases utilizando una jeringa hermética a los gases, seguido de la medición). Por ejemplo, el compuesto que presenta el grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico contenido en amonio en el gas recuperado puede absorberse en agua, o en un solvente orgánico, y después, la cantidad del compuesto puede medirse mediante un método tal como la cromatografía de gases, la cromatografía líquida, la RMN, la espectrofotometría de infrarrojo cercano o la espectrofotometría de ultravioleta. De estos métodos, se aplica preferentemente un método que comprende introducir directamente el gas recuperado en un cromatógrafo de gases dotado de un espectrómetro de masas, identificar el compuesto que presenta el grupo carbonilo y después obtener la cantidad del compuesto que presenta el grupo carbonilo que se deriva del derivado de ácido carbónico y/o el compuesto que presenta el enlace urea en el gas recuperado, respecto al producto total de la cantidad del compuesto que presenta el grupo carbonilo y el número de grupos carbonilos.

Una parte o la totalidad del condensado anteriormente indicado puede hacerse circular en el interior de la columna de reacción-destilación como solución de reflujo para operar la columna de reacción-destilación. Además, puede suministrarse, por ejemplo, como solución mixta que contiene un derivado de ácido carbónico por el puerto de suministro B y puede reciclarse como materia prima para producir el compuesto carbonilo de la presente realización. De otra manera, una parte o la totalidad del condensado anteriormente indicado puede reciclarse como materia prima para producir el compuesto que presenta el enlace urea. Además, una parte o la totalidad del condensado anteriormente indicado también puede reciclarse como ingrediente de materia prima para producir un compuesto que presenta un grupo ureido representado mediante la fórmula (4) a continuación:



En el caso de que se utilice un éster de ácido carbámico N-no sustituido y/o urea como uno o más derivados de ácido carbónico y se produzca un compuesto carbonilo, por ejemplo, según las reacciones de la fórmula (52) y la fórmula (57), anteriormente, existe el caso de que se genera amonio y el amonio se encuentra contenido en el condensado.

5 En dicho caso, puede proporcionarse una etapa de eliminación del amonio, separadamente, puede reducirse de esta manera la cantidad de amonio hasta una concentración deseada y seguidamente puede llevarse a cabo el reciclado anteriormente indicado.

10 Resulta preferente que el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización comprende además una etapa de permitir que el amonio contenido en el gas descargado por el tope de la columna de destilación reaccione con dióxido de carbono para producir urea y que la urea producida de esta manera se recicle.

<< Producción de éster de ácido carbámico N-sustituido mediante el método de la presente realización >>

15 En el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, el compuesto carbonilo obtenido contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido. A continuación en la presente memoria, se describe en detalle un éster de ácido carbámico N-sustituido mediante el método de la presente realización.

20 Tal como se ha indicado anteriormente, el compuesto que debe suministrarse por el puerto de suministro A es una mezcla que contiene un compuesto que presenta un enlace urea, o una mezcla que contiene una materia prima para producir el compuesto que presenta el enlace urea. Tal como se ha indicado anteriormente, un compuesto que presenta un enlace urea obtenido mediante la reacción de una amina primaria orgánica con un derivado de ácido carbónico puede utilizarse como compuesto que presenta un enlace urea en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización. Además, el compuesto que presenta el enlace urea también puede ser un compuesto obtenido junto con un éster de ácido carbámico N-sustituido, en el caso de que una amina primaria orgánica se haga reaccionar con un de ácido carbónico para producir el éster de ácido carbámico N-sustituido. De acuerdo con lo anterior, el método para producir el compuesto carbonilo (que en la presente memoria es un éster de ácido carbámico N-sustituido) de la presente realización puede ser un método para producir un éster de ácido carbámico N-sustituido con un rendimiento elevado mediante la utilización del compuesto que presenta el enlace urea obtenido junto con el éster de ácido carbámico N-sustituido como compuesto que presenta un enlace urea utilizado en el método de producción del compuesto carbonilo (que en la presente memoria es un éster de ácido carbámico N-sustituido). Además, tanto la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido de un compuesto que presenta un enlace urea mediante la reacción de una amina primaria orgánica con un derivado de ácido carbónico como la producción del compuesto carbonilo (que en la presente memoria es un éster de ácido carbámico N-sustituido) de la presente realización utilizando el compuesto anteriormente indicado que presenta un enlace urea, pueden llevarse a cabo en un único recipiente de reacción. A continuación en la presente memoria se describe el método. Debe indicarse que se aplica lo mismo al caso en que el compuesto carbonilo producido mediante el método de producción de la presente realización es un cloruro de ácido carbámico N-sustituido.

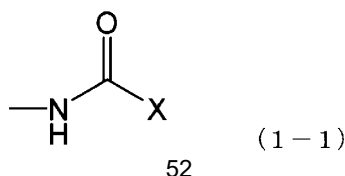
40 En primer lugar, se utiliza una columna de destilación como recipiente de reacción y se utiliza la columna de destilación que comprende un puerto de suministro A, un puerto de suministro B y un puerto de descarga C, tal como se indica en la sección anterior < Reacción en la columna de destilación >. El puerto de suministro A, el puerto de suministro B y el puerto de descarga C también se describen en la sección anterior < Reacción en la columna de destilación >.

45 Los ingredientes de materia prima que deben suministrarse mediante cada puerto de suministro integrado en la columna de reacción-destilación también se indican en la sección anterior < Reacción en la columna de destilación >.

< Compuesto carbonilo >

50 El método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización comprende una etapa (X) de hacer reaccionar un compuesto que presenta un enlace urea representado por la fórmula (1), anteriormente, con un derivado de ácido carbónico que presenta un grupo carbonilo (-C(=O)-) bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea con el fin de obtener el compuesto carbonilo. Además, la etapa (X) se lleva a cabo en coexistencia de un compuesto hidroxí.

55 El compuesto carbonilo producido mediante el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización es, por ejemplo, un compuesto que contiene un grupo representado por la fórmula (1-1), tal como se muestra posteriormente. Además, debido a que la etapa (X) se lleva a cabo en coexistencia de un compuesto hidroxí, también se obtiene, por ejemplo, un compuesto que presenta un grupo representado por la fórmula (1-2), tal como se muestra a continuación:

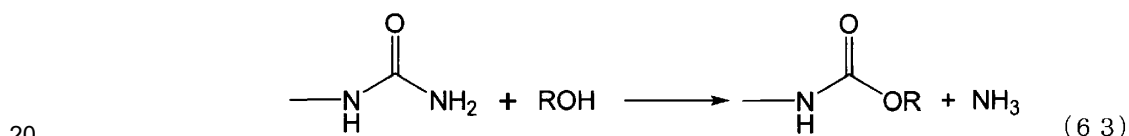


en la que X representa un grupo unido al átomo de carbono del grupo carbonilo (-C(=O)-) del derivado de ácido carbónico,



en la que X' representa un residuo obtenido mediante eliminación del átomo de hidrógeno de un grupo hidroxilo (-OH) del compuesto hidroxilo.

La fórmula (1-1), anteriormente, depende del derivado de ácido carbónico utilizado. Específicamente, es el grupo del primer ítem en el lado derecho de la fórmula (52), anteriormente, el grupo en el lado derecho de la fórmula (53), el grupo del primer ítem en el lado derecho de la fórmula (55), anteriormente, el grupo en el lado derecho de la fórmula (58), el grupo del primer ítem en el lado derecho de la fórmula (60), anteriormente, el grupo en el lado derecho de la fórmula (61), o el grupo en el lado derecho de la fórmula (62). Además, el grupo del primer ítem en el lado derecho de la fórmula (56), anteriormente, el grupo en el lado derecho de la fórmula (57), y el grupo del primer ítem en el lado derecho de la fórmula (59), anteriormente, puede generar un grupo éster de ácido carbámico N-sustituido como resultado de la reacción del mismo con el compuesto hidroxilo coexistente, representado mediante la fórmula (63) a continuación:



Además, en el caso de que se utilice un fosgeno como derivado de ácido carbónico en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, el compuesto carbonilo obtenido incluye un compuesto que presenta un grupo representado mediante la fórmula (3) a continuación:



El compuesto carbonilo producido mediante el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización es un éster de ácido carbámico N-sustituido o un cloruro de ácido carbámico N-sustituido.

< Éster de ácido carbámico N-no sustituido >

En el caso de que el compuesto hidroxilo sea alcohol en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, el compuesto carbonilo obtenido contiene un O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula (7), mostrada posteriormente.

Específicamente, en el caso de que se utilice una amina primaria orgánica representada mediante la fórmula (5), tal como se muestra a continuación, y se utilice alcohol como compuesto hidroxilo, se obtiene un éster de ácido carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula (7), posteriormente, mediante el método de producción de la presente realización:



en la que:

R³ representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono,

R⁴ representa un grupo derivado de alcohol, que es un residuo obtenido mediante la eliminación de un grupo hidroxilo del alcohol,

'a' es un número entero entre 1 y 10, y

'c' representa un número entero entre 1 y 10 (en el que c=a).

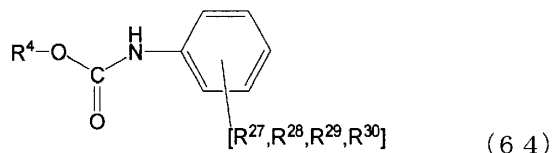
5 Debe indicarse que el éster de ácido carbámico N-sustituido que presenta un grupo éster derivado de alcohol, tal como se muestra en la fórmula (7), anteriormente, puede denominarse en ocasiones O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido.

10 Se proporcionan posteriormente ejemplos específicos de dicho O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido.

(1) Éster de ácido monocarbámico orgánico N-aromático

15 Un ejemplo del O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido es un éster de ácido monocarbámico orgánico N-aromático en el que, en la fórmula (7), anteriormente, R³ representa un grupo que contiene 6 a 85 átomos de carbono que contiene un anillo aromático "sustituido con uno o más grupos éster de ácido carbámico" y 'c' es 1. El número de átomos de carbono en R³ es preferentemente de 6 a 70, y considerando la fluidez, es más preferentemente de 6 a 13.

20 Un ejemplo preferente del éster de ácido monocarbámico orgánico N-aromático es un mono(-O-alkil éster) de ácido carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula (64) a continuación:



en la que:

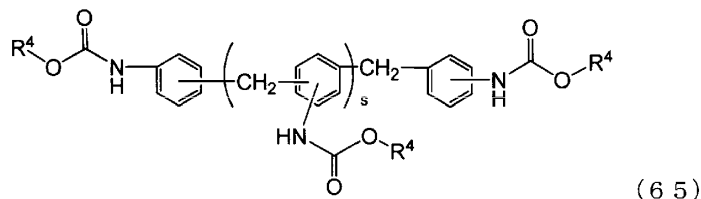
25 R²⁷, R²⁸, R²⁹ y R³⁰ representan, cada uno, un grupo definido en la fórmula (48), anteriormente.

30 Un ejemplo preferente de dicho mono(O-alkil éster) de ácido carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula (64) es un mono (-O-alkil éster) de ácido carbámico N-sustituido en el que R²⁷ a R³⁰, cada uno independientemente, representan un átomo de hidrógeno o un grupo seleccionado de grupos alquilo. Entre los ejemplos del grupo alquilo se incluyen un grupo metilo y un grupo etilo.

(2) Éster de ácido policarbámico orgánico N-aromático

35 Un ejemplo del O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido es un O-alkil éster de ácido policarbámico orgánico N-aromático en el que, en la fórmula (7), R³ representa un grupo que contiene 6 a 85 átomos de carbono que contiene un anillo aromático "sustituido con uno o más grupos éster de ácido carbámico" y 'c' es 2 o superior. El número de átomos de carbono en R³ es preferentemente de 6 a 70, y considerando la fluidez, es más preferentemente de 6 a 13. El anillo aromático puede sustituirse adicionalmente con un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo.

40 Además, un ejemplo del O-alkil éster de ácido policarbámico N-sustituido es un O-alkil éster de ácido polimetileno-olifenil policarbámico mediante la fórmula (65) a continuación:



45 en la que:

R⁴ representa un grupo definido en la fórmula (7), anteriormente, y

's' representa 0 o un número entero positivo.

50 (3) O-alkil éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático

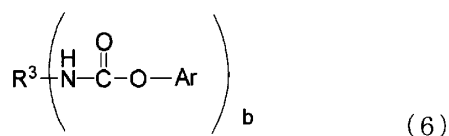
55 Un ejemplo del O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido es un O-alkil éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que, en la fórmula (7), R³ representa un grupo alifático que contiene 1 a 85 átomos de carbono y c es 2 o 3. Un O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido más preferente es un O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido en el que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico, o un grupo al que

se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (p.ej., un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). El número de átomos de carbono en R³ es más preferentemente de 1 a 70, y considerando la fluidez necesaria para la producción en masa industrial, es más preferentemente de 6 a 13.

5 Un ejemplo específico del O-alkil éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático es un O-alkil éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que R³ representa un grupo alquilo de cadena lineal y/o de cadena ramificada, grupo cicloalquilo o grupo constituido de grupo alquilo y grupo cicloalquilo.

10 La estructura específica del O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido se determina según el tipo de amina primaria orgánica y alcohol que constituye el compuesto hidroxil utilizado. De esta manera, resulta imposible ejemplificar todas las estructuras específicas. Entre los ejemplos de dicha estructura específica se incluyen N,N'-hexanodil-di(metil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(etil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(propil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(butil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(pentil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(hexil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(heptil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(octil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(nonil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(decil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(dodecil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(octadecil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(metil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(etil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(propil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(butil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(pentil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(hexil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(heptil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(octil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(nonil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(decil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(dodecil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenilo-di(octadecil-éster de ácido carbámico), 3-(metoxicarbonilamino-metil)-metil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(etoxicarbonilamino-metil)-etil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(propiloxicarbonilamino-metil)-propil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(butiloxicarbonilamino-metil)-butil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(pentiloxicarbonilamino-metil)-pentil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(hexiloxicarbonilamino-metil)-hexil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(heptiloxicarbonilamino-metil)-heptil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(octiloxicarbonilamino-metil)-octil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(noniloxicarbonilamino-metil)-nonil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(deciloxicarbonilamino-metil)-decil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(dodeciloxicarbonilamino-metil)-dodecil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, 3-(octadeciloxicarbonilamino-metil)-octadecil-éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, tolueno-di(metil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(etil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(propil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(butil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(pentil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(hexil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(heptil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(octil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(nonil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(decil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(dodecil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(octadecil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(metil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(etil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(propil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(butil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(pentil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(hexil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(heptil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(octil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(nonil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(decil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(dodecil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(octadecil-éster de ácido carbámico), N-fenil metil-éster de ácido carbámico, N-fenil etil-éster de ácido carbámico, N-fenil propil-éster de ácido carbámico, N-fenil butil-éster de ácido carbámico, N-fenil pentil-éster de ácido carbámico, N-fenil hexil-éster de ácido carbámico, N-fenil heptil-éster de ácido carbámico, N-fenil octil-éster de ácido carbámico, N-fenil nonil-éster de ácido carbámico, N-fenil decil-éster de ácido carbámico, N-fenil dodecil-éster de ácido carbámico, N-fenil octadecil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil metil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil etil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil propil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil butil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil pentil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil hexil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil heptil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil octil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil nonil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil decil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil dodecil-éster de ácido carbámico y N-dimetilfenil octadecil-éster de ácido carbámico.

55 Por otra parte, en el caso de que se utilice un compuesto hidroxil aromático como compuesto hidroxil en el método de producción de la presente realización, el compuesto carbonilo contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula (6) a continuación:



60 en la que:

R³ representa un grupo definido en la fórmula (5), anteriormente,
 Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxí aromático, que es un residuo obtenido mediante
 eliminación de un grupo hidroxí unido al anillo aromático del compuesto hidroxí aromático, y
 'b' representa un número entero entre 1 y 20 (en el que b=a).

En el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, resulta preferente que el compuesto
 hidroxí sea un compuesto hidroxí aromático, que la amina primaria orgánica sea el compuesto representado mediante
 la fórmula (5), anteriormente, y que el éster de ácido carbámico N-sustituido producido sea el O-aril éster de ácido
 carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula (6), anteriormente.

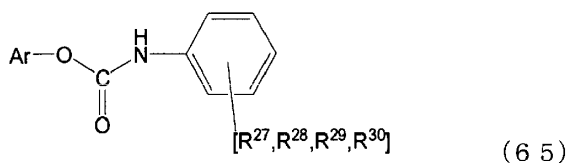
Debe indicarse que el éster de ácido carbámico N-sustituido que presenta un grupo éster derivado de un compuesto
 hidroxí aromático, tal como se muestra en la fórmula (6), anteriormente, puede denominarse en ocasiones O-aril éster
 de ácido carbámico N-sustituido.

A continuación en la presente memoria, se proporcionan posteriormente ejemplos específicos de dicho O-alquil éster
 de ácido carbámico N-sustituido.

(1) Éster de ácido monocarbámico orgánico N-aromático

Un ejemplo de O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido es un ácido monocarbámico orgánico N-aromático en el
 que, en la fórmula (6), R³ representa un grupo que contiene entre 6 y 85 átomos de carbono que contiene uno o más
 anillos aromáticos y b es 1. El número de átomos de carbono en R³ es preferentemente de 6 a 70, y considerando la
 fluidez, es más preferentemente de 6 a 13.

El éster de ácido monocarbámico orgánico N-aromático es preferentemente un mono(-O-aril éster) de ácido carbámico
 N-sustituido representado mediante la fórmula (65) a continuación:



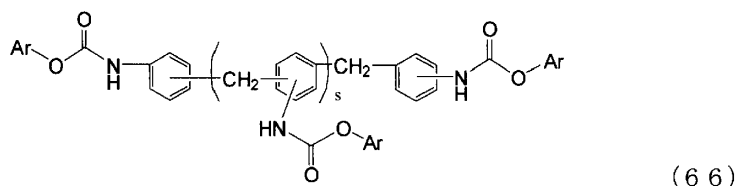
en la que:
 R²⁷, R²⁸, R²⁹ y R³⁰ representan, cada uno, un grupo definido en la fórmula (48), anteriormente.

Un ejemplo preferente de dicho mono(O-aril éster) de ácido carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula
 (65) es un mono (-O-alquil éster) de ácido carbámico N-sustituido en el que R²⁷ a R³⁰, cada uno independientemente,
 representan un átomo de hidrógeno o un grupo seleccionado de grupos alquilo. Entre los ejemplos del grupo alquilo
 se incluyen un grupo metilo y un grupo etilo.

(2) Éster de ácido policarbámico orgánico N-aromático

Un ejemplo del O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido es un O-aril éster de ácido policarbámico orgánico N-
 aromático en el que, en la fórmula (6), R³ representa un grupo que contiene 6 a 85 átomos de carbono que contiene
 un anillo aromático "sustituido con uno o más grupos éster de ácido carbámico" y b es 2 o superior. El número de
 átomos de carbono en R³ es preferentemente de 6 a 70, y considerando la fluidez, es más preferentemente de 6 a 13.
 El anillo aromático puede sustituirse adicionalmente con un grupo alquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo.

Además, un ejemplo del éster de ácido policarbámico orgánico N-sustituido es un O-aril éster de ácido polimetilén-
 polifenil policarbámico mediante la fórmula (66) a continuación:



en la que:
 Ar representa un grupo definido en la fórmula (6), anteriormente, y
 's' representa 0 o un número entero positivo.

(3) O-aril éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático

Un ejemplo del O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido es un O-aril éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que, en la fórmula (6), R³ representa un grupo alifático que contiene 1 a 85 átomos de carbono y b es 2 o 3. Un O-aril éster de ácido policarbámico orgánico N-sustituido más preferente es un O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido en el que el grupo alifático es un grupo hidrocarburo lineal, un grupo hidrocarburo cíclico, o un grupo al que se une por lo menos un grupo seleccionado de grupo hidrocarburo lineal y grupo hidrocarburo cíclico (p.ej., un grupo hidrocarburo cíclico sustituido con un hidrocarburo lineal o un grupo hidrocarburo lineal sustituido con un grupo hidrocarburo cíclico). El número de átomos de carbono en R³ es más preferentemente de 1 a 70, y considerando la fluidez necesaria para la producción en masa industrial, es más preferentemente de 6 a 13.

Un ejemplo específico del O-aril éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático es un O-aril éster de ácido policarbámico orgánico N-alifático en el que R³ representa un grupo alquilo de cadena lineal y/o de cadena ramificada, grupo cicloalquilo o grupo constituido de grupo alquilo y grupo cicloalquilo.

La estructura específica del O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido se determina según el tipo de amina primaria orgánica y el compuesto hidroxil aromático que constituye el compuesto hidroxil utilizado. De esta manera, resulta imposible ejemplificar todas las estructuras específicas. Entre los ejemplos de dicha estructura específica se incluyen N,N'-hexanodil-di(fenil-éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(metilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(propilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(butilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(pentilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(heptilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(octilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(nonilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-di(dodecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(dimetilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(dipropilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(dibutilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(dipentilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-hexanodil-bis(dioctadecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(fenil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(metilfenil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(etilfenil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(propilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(butilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(pentilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(heptilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(octilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(nonilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(decilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(dodecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-di(octadecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(dimetilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(carbamic acid(dietilfenil)éster), N,N'-metilén-difenileno-bis(dipropilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(dibutilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(dipentilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(dihexilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(diheptilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(dioctilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(dinonilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(didecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(didodecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-difenileno-bis(dioctadecilfenil)éster de ácido carbámico, fenil-éster de ácido 3-(fenoxicarbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, metilfenil-éster de ácido 3-((metilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, etilfenil-éster de ácido 3-((etilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (propilfenil)éster de ácido 3-((propilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (butilfenil)éster de ácido 3-((butilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (pentilfenil)éster de ácido 3-((pentilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (hexilfenil)éster de ácido 3-((hexilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil carbámico, (heptilfenil)éster de ácido 3-((heptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (octilfenil)éster de ácido 3-((octilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (nonilfenil)éster de ácido 3-((nonilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (decilfenil)éster de ácido 3-((decilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (dodecilfenil)éster de ácido 3-((dodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (octadecilfenil)éster de ácido 3-((octadecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (dimetilfenoxi)éster de ácido 3-((dimetilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (dietilfenil)éster de ácido 3-((dietilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (dipropilfenil)éster de ácido 3-((dipropilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (dibutilfenil)éster de ácido 3-((dibutilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (dipentilfenil)éster de ácido 3-((dipentilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (dihexilfenil)éster de ácido 3-((dihexilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (diheptilfenil)éster de ácido 3-((diheptilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (dioctilfenil)éster de ácido 3-((dioctilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (dinonilfenil)éster de ácido 3-((dinonilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (didecilfenil)éster de ácido 3-((didecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (didodecilfenil)éster de ácido 3-((didodecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, (dioctadecilfenil)éster de ácido 3-((dioctadecilfenoxi)carbonilamino-metil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico, tolueno-di(etilfenil-éster de ácido carbámico), tolueno-di(propilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-di(butilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-di(pentilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-di(hexilfenil)éster de

ácido carbámico), tolueno-di((heptilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-di((octilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-di((nonilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-di((decilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-di((dodecilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-di((octadecilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((dimetilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((dietilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((dipropilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((dibutilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((dipentilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((dihexilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((diheptilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((dioctilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((dinonilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((didecilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((didodecilfenil)éster de ácido carbámico), tolueno-bis((dioctadecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(fenil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(metilfenil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di(etilfenil-éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di((propilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di((butilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di((pentilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di((hexilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di((heptilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di((octilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di((nonilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di((decilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di((dodecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-di((octadecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((dimetilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((dietilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((dipropilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((dibutilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((dipentilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((dihexilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((diheptilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((dioctilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((dinonilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((didecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((didodecilfenil)éster de ácido carbámico), N,N'-metilén-diciclohexil-bis((dioctadecilfenil)éster de ácido carbámico), N-fenil fenil-éster de ácido carbámico, N-fenil metilfenil-éster de ácido carbámico, N-fenil etilfenil-éster de ácido carbámico, N-fenil (propilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (butilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (pentilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (hexilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (heptilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (octilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (nonilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (decilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dodecilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (octadecilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dimetilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dietilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dipropilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dibutilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dipentilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dihexilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (diheptilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dioctilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dinonilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (didecilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (didodecilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dioctadecilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil fenil-éster de ácido carbámico, N-fenil metilfenil-éster de ácido carbámico, N-fenil (etil fenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (propilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (butilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (pentilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (hexilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (heptilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (octilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (nonilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (decilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dodecilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (octadecilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dimetilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dietilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dipropilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dibutilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dipentilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dihexilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (diheptilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dioctilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dinonilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (didecilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (didodecilfenil)éster de ácido carbámico, N-fenil (dioctadecilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil fenil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil metilfenil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil etilfenil-éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (propil fenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (butilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (pentilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (hexilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (heptilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (octilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (nonilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (decil fenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (dodecilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (octadecilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (dimetilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (dietilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (dipropilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (dibutilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (dipentilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (dihexilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (diheptilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (dioctilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (dinonilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (didecilfenil)éster de ácido carbámico, N-dimetilfenil (didodecilfenil)éster de ácido carbámico y N-dimetilfenil (dioctadecilfenil)éster de ácido carbámico.

< Transesterificación >

60 El compuesto carbonilo producido mediante el método de la presente realización puede utilizarse preferentemente en la producción de un isocianato mediante la pirólisis de un compuesto carbonilo.

65 El compuesto carbonilo preferentemente utilizado en la producción de un isocianato es un O-aril éster de ácido carbámico N-sustituído. Lo anterior se debe a que, en comparación con un O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituído, el O-aril éster de ácido carbámico N-sustituído induce fácilmente una reacción pirólítica y tiende a descomponerse fácilmente en el isocianato y compuesto hidroxil aromático correspondientes.

5 El compuesto carbonilo obtenido mediante el método de producción anteriormente indicado puede convertirse en O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido o un O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido según el tipo de compuesto hidroxil utilizado. Por el motivo anteriormente indicado, el compuesto carbonilo se convierte preferentemente en el O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido.

10 En el caso de que un O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido se obtenga mediante el método de producción anteriormente indicado, se convierte preferentemente en un O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido fácilmente descompuesto térmicamente mediante la etapa de transesterificación indicada posteriormente. Tras completar la etapa de transesterificación, el O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido puede utilizarse preferentemente en la reacción de un isocianato. En la etapa de transesterificación, se genera alcohol derivado del O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido. La transesterificación se describe posteriormente.

15 En la presente memoria, el O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido diana es el O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula (7), posteriormente.

20 El compuesto hidroxil aromático que debe reaccionarse puede ser cualquiera de los compuestos hidroxil aromáticos representados mediante la fórmula (33), anteriormente. Además, los compuestos hidroxil aromáticos pueden utilizarse individualmente o en combinación de múltiples tipos.

25 Resulta preferente que el método de producción de la presente realización comprenda además una etapa de reacción de O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula (7), anteriormente, con un compuesto hidroxil aromático para obtener el O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula (6), anteriormente, y alcohol. El compuesto hidroxil utilizado en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización es preferentemente el alcohol obtenido mediante la presente etapa.

30 En referencia a métodos conocidos (ver, por ejemplo, el documento nº WO2008/059953), la etapa de transesterificación puede llevarse a cabo mediante la aplicación de diversos métodos, dependiendo de los tipos de compuesto que deben utilizarse.

35 Las condiciones de reacción para la transesterificación son diferentes según los tipos de compuestos que deben hacerse reaccionar. Preferentemente se utiliza un compuesto hidroxil aromático en una proporción estequiométrica de 2: 1 a 1000: 1 respecto a la cantidad de grupos éster que constituyen el O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido utilizado como materia prima. Con el fin de completar la reacción en una etapa temprana, el compuesto hidroxil aromático se utiliza preferentemente en una cantidad en exceso respecto a dichos grupos éster que constituyen el O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido utilizado como materia prima. Considerando el tamaño del recipiente de reacción, el compuesto hidroxil aromático se utiliza en una proporción estequiométrica de preferentemente 3: 1 a 100: 1, y más preferentemente de 5: 1 a 50: 1 respecto a los grupos éster que constituyen el O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido utilizado como materia prima.

40 La temperatura de reacción se encuentra generalmente comprendida en el intervalo de 100°C a 300°C. Con el fin de incrementar la velocidad de reacción, la temperatura de reacción preferentemente es elevada. Por otra parte, existe el caso de que las reacciones secundarias se producen fácilmente a una temperatura elevada. De esta manera, la temperatura de reacción preferentemente se encuentra en un intervalo de 150°C a 250°C. Con el fin de mantener constante la temperatura de reacción, el recipiente de reacción anteriormente indicado puede dotarse de un dispositivo de refrigeración y/o dispositivo de calentamiento conocido.

45 La presión de reacción es diferente según los tipos de compuesto utilizados o la temperatura de reacción. La presión de reacción puede ser cualquiera de entre una presión reducida, una presión ordinaria y una presión comprimida. En general, la presión de reacción se encuentra en un intervalo de 20 a 1×10^6 Pa.

50 El tiempo de reacción (que es un tiempo de reacción en el caso de aplicar un método de reacción continua) no se encuentra particularmente limitado. Es generalmente de 0,001 a 100 horas, preferentemente de 0,01 a 50 horas, y más preferentemente de 0,1 a 30 horas.

55 Además, también resulta posible recoger la solución de reacción y que seguidamente se confirme mediante cromatografía líquida que se ha generado una cantidad deseada de O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido, de manera que la reacción puede terminarse.

60 En la etapa de transesterificación, no resulta necesario un catalizador en todos los casos. Sin embargo, con el fin de reducir la temperatura de reacción o de completar la reacción en una etapa temprana, puede utilizarse uno de dichos catalizadores sin problema. El catalizador se utiliza en un porcentaje en peso de 0,01% a 30%, y más preferentemente de 0,5% a 20% respecto al peso del O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido.

65 Entre los ejemplos de dicho catalizador se incluyen ácidos de Lewis, compuestos de metal de transición para generar

dichos ácidos de Lewis, compuestos de estaño orgánicos y compuestos de metal elemento cobre, cinc y metal elemento hierro. Entre los ejemplos específicos se incluyen:

- 5 ácidos de Lewis representados por AlX_3 , TiX_3 , TiX_4 , VOX_3 , VX_5 , ZnX_2 , FeX_3 , y SnX_4 (en los que X representa un halógeno, un grupo acetoxi, un grupo alcoxi o un grupo ariloxi) y compuestos de metal de transición para generar dichos ácidos de Lewis,
- compuestos de estaño orgánicos representados por $(\text{CH}_3)_3\text{SnOCOCH}_3$, $(\text{C}_2\text{H}_5)\text{SnOCOC}_6\text{H}_5$, $\text{Bu}_3\text{SnOCOCH}_3$, $\text{Ph}_3\text{SnOCOCH}_3$, $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OCOCH}_3)_2$, $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OCOC}_{11}\text{H}_{23})_2$, $\text{Ph}_3\text{SnOCH}_3$, $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{SnOPh}$, $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OCH}_3)_2$, $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$, $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OPh})_2$, $\text{Ph}_2\text{Sn}(\text{CH}_3)_2$, $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{SnOH}$, PhSnOH , Bu_2SnO , $(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{SnO}$, Bu_2SnCl_2 y $\text{BuSnO}(\text{OH})$;
- 10 compuestos de metales de elemento cobre, tales como CuCl , CuCl_2 , CuBr , CuBr_2 , CuI , CuI_2 , $\text{Cu}(\text{OAc})_2$, $\text{Cu}(\text{acac})_2$, olefinato de cobre, Bu_2Cu , $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{Cu}$, AgNO_3 , AgBr , picrato de plata y $\text{AgC}_6\text{H}_6\text{ClO}_4$;
- compuestos de cinc, tales como $\text{Zn}(\text{acac})_2$, y
- compuestos de metales de elemento hierro, tales como $\text{Fe}(\text{C}_{10}\text{H}_8)(\text{CO})_5$, $\text{Fe}(\text{CO})_5$, $\text{Fe}(\text{C}_4\text{H}_6)(\text{CO})_3$, $\text{Co}(\text{mesitileno})_2(\text{PEt}_2\text{Ph}_2)$, $\text{CoC}_5\text{F}_5(\text{CO})_7$ y ferroceno (en el que Bu representa un grupo butilo, Ph representa un grupo fenilo, y acac representa un ligando acetilacetona). Además, se utilizan convenientemente aminas, tales como 1,4-diazabicyclo[2,2,2]octano, trietilendiamina y trietilamina. Entre otros, se utilizan preferentemente como catalizadores, catalizadores metálicos orgánicos, tales como dilaurato de dibutilestaño, octoato de plomo y octoato de estano. Estos compuestos pueden utilizarse individualmente o en forma de una mezcla de dos o más tipos.

20 En la presente reacción, no se utiliza necesariamente un solvente de reacción. Sin embargo, para el fin de facilitar las operaciones de reacción, puede utilizarse un solvente inactivo adecuado. Los ejemplos específicos de dicho solvente de reacción son los mismos que los indicados en la sección < Compuesto que presenta grupo ureido >.

25 En general, la transesterificación anteriormente indicada es una reacción estática. De acuerdo con lo anterior, con el fin de llevar a cabo eficientemente la transesterificación, la reacción preferentemente se lleva a cabo, eliminando simultáneamente el alcohol generado (que es alcohol derivado del O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido como materia prima) del sistema de reacción.

30 De acuerdo con lo anterior, en el caso de que se seleccione un compuesto hidroxil aromático de manera que el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxil aromático utilizado en la transesterificación sea más elevado que el punto de ebullición estándar del alcohol derivado del O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido como materia prima, resulta en que el compuesto que presenta el punto de ebullición estándar más bajo en el sistema de reacción puede ser el alcohol derivado del O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido como materia prima, y en consecuencia, se facilita la eliminación del producto respecto del sistema de reacción.

35 Además, con el fin de llevar a cabo eficientemente la transesterificación, preferentemente se lleva a cabo según un método continuo. Es decir, resulta preferente que el O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido como materia prima y el compuesto hidroxil aromático se suministre continuamente al recipiente de reacción para llevar a cabo la transesterificación, que el alcohol generado derivado del O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido como materia prima se elimine en forma de un ingrediente gaseoso del recipiente de reacción y que una solución de reacción que contiene el O-aryl éster de ácido carbámico N-sustituido generado y que el compuesto hidroxil aromático se elimine continuamente de la parte del fondo del recipiente de reacción.

40 Los materiales para el recipiente de reacción y línea, en los que se lleva a cabo la etapa de transesterificación, no se encuentran particularmente limitados, con la condición de que no afecten a las materias primas o a las sustancias de reacción. De esta manera, pueden utilizarse cualesquiera tipos de materiales conocidos. Por ejemplo, puede utilizarse el mismo material que el del recipiente de reacción anteriormente indicado para producir el éster de ácido carbámico N-sustituido.

45 Una forma del recipiente de reacción no se encuentra particularmente limitada. Pueden utilizarse recipientes de reacción de tipo tanque y de tipo columna conocidos. Se utilizan diversos tipos de métodos conocidos, tales como un método de utilización de un recipiente de reacción que comprende cualquiera de entre un tanque de agitación, un tanque de agitación multietapa, una columna de destilación, una columna de destilación multietapa, un recipiente de reacción multitubular, una columna de destilación multietapa continua, una columna empaquetada, un evaporador de película delgada, un recipiente de reacción que comprende un soporte en el mismo, un recipiente de reacción de circulación forzada, un evaporador de película descendente, un evaporador por goteo, un recipiente de reacción de fase de lluvia y una columna de burbujeo, o un método de combinación de estos dispositivos. Desde el punto de vista de una desviación eficiente del equilibrio hacia el lado de sistema de generación, resulta preferente un método de utilización de un evaporador de película delgada o un recipiente de reacción de tipo columna. Además, resulta preferente una estructura que presenta una superficie grande de contacto gas-líquido, que sea capaz de una transferencia rápida a la fase gaseosa, el alcohol generado que se deriva del O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido, como materia prima.

60 La columna de destilación multietapa es una columna de destilación que presenta múltiples etapas, en la que el número de platos teóricos en la destilación es de dos o más. El tipo de dicha columna de destilación multietapa no se encuentra particularmente limitado, con la condición de que permita la destilación continua. Puede utilizarse cualquier tipo de

columna de destilación multietapa, con la condición de que se utilice generalmente como columna de destilación multietapa. Entre los ejemplos de la columna de destilación multietapa se incluyen: columnas de destilación de tipo columna de platos, que utilizan una bandeja, tal como un plato de campana burbujeadora, un plato perforado, un plato de válvula o un plato a contracorriente, y columnas de destilación de tipo columna empaquetada, que se rellenan con diversos tipos de relleno, tales como un anillo de Raschig, un anillo de Lessing, un anillo tipo pall, una silla Berl, una silla intalox, un relleno Dixon, un relleno McMahon, Heli-Pack, un relleno Sulzer o Melapack. El tipo de columna empaquetada que puede utilizarse en la presente memoria no se encuentra particularmente limitado, con la condición de que sea una columna empaquetada rellena con el relleno conocido anteriormente indicado. Además, también se utiliza preferentemente una columna de platos-columna empaquetada, columna de destilación de tipo columna mixta que comprende tanto una parte de columna de platos y una parte rellena con un relleno.

Una línea para suministrar gas inerte y/o solvente inactivo en estado líquido desde la parte inferior del recipiente de reacción puede integrarse en el recipiente de reacción, por separado. De otra manera, en el caso de que la solución mixta contenga el O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido de interés y el compuesto hidroxí aromático contenga el O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido como materia prima, también puede dotarse de una línea para recircular una parte o la totalidad de una solución mixta al recipiente de reacción. En el caso de que se utilice el solvente inactivo anteriormente indicado, puede ser un solvente gaseoso y/o líquido.

Los ingredientes gaseosos que contienen el alcohol derivado del O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido como materia prima, que ha sido descargado del recipiente de reacción, preferentemente se purifican mediante un método conocido, tal como una columna de destilación, y lo resultante puede reciclarse como alcohol materia prima para producir un O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido.

< Etapa de producción de isocianato mediante reacción pirolítica de compuesto carbonilo >

El método para producir el isocianato de la presente realización comprende una etapa de someter el compuesto carbonilo obtenido mediante el método de producción anteriormente indicado a una reacción pirolítica para producir el isocianato.

El compuesto carbonilo que se utiliza preferentemente en el método para producir el isocianato de la presente realización es un O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido. Lo anterior se debe a que, en comparación con un O-alquil éster de ácido carbámico N-sustituido, el O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido induce fácilmente una reacción pirolítica y tiende a descomponerse fácilmente en el isocianato y compuesto hidroxí aromático correspondientes. De acuerdo con lo anterior, el método para producir el isocianato de la presente realización preferentemente comprende una etapa de someter el O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido obtenido mediante el método de producción anteriormente indicado a una reacción pirolítica para obtener un producto que contiene un isocianato y un compuesto hidroxí aromático. Además, en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, el compuesto hidroxí utilizado o compuesto hidroxí aromático es preferentemente el compuesto hidroxí aromático obtenido en la etapa anteriormente indicada.

A continuación en la presente memoria, se describe una etapa de someter un O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido a una reacción pirolítica para producir un isocianato (que con frecuencia se denomina "etapa pirolítica" en la presente especificación).

La temperatura de reacción se encuentra generalmente comprendida en el intervalo de 100°C a 300°C. Con el fin de incrementar la velocidad de reacción, la temperatura de reacción preferentemente es elevada. Por otra parte, existe el caso en que las reacciones secundarias anteriormente indicadas son fácilmente causadas por el éster de ácido carbámico N-sustituido y/o un isocianato como producto a una temperatura elevada. De esta manera, la temperatura de reacción preferentemente se encuentra en un intervalo de 150°C a 250°C. Con el fin de mantener constante la temperatura de reacción, el recipiente de reacción anteriormente indicado puede dotarse de un dispositivo de refrigeración y/o dispositivo de calentamiento conocido.

La presión de reacción es diferente según los tipos de compuesto utilizados o la temperatura de reacción. La presión de reacción puede ser cualquiera de entre una presión reducida, una presión ordinaria y una presión comprimida. En general, la presión de reacción se encuentra en un intervalo de 20 a 1×10^6 Pa.

El tiempo de reacción (que es un tiempo de retención en el caso de que se aplique un método de reacción continua) no se encuentra particularmente limitado. Es generalmente de 0,001 a 100 horas, preferentemente de 0,005 a 50 horas, y más preferentemente de 0,01 a 10 horas.

En el método para producir un isocianato de la presente realización, no resulta necesario en todos los casos un catalizador. Sin embargo, con el fin de reducir la temperatura de reacción o de completar la reacción en una etapa temprana, puede utilizarse uno de dichos catalizadores sin problema. El catalizador se utiliza en un porcentaje en peso de 0,01% a 30%, y más preferentemente de 0,5% a 20% respecto al peso del éster de ácido carbámico N-sustituido.

En la presente memoria pueden utilizarse los mismos catalizadores que los utilizados en la etapa de transesterificación anteriormente indicada.

5 Además, tal como se ha indicado anteriormente, en el caso de que se utilice un catalizador en cualquier etapa en la producción del éster de ácido carbámico N-sustituido, existe el caso en que se suministra el residuo del catalizador a la etapa pirolítica. La presencia de dicho residuo catalizador no causa problemas en muchos casos.

10 En la etapa pirolítica, no se utiliza necesariamente un solvente de reacción diferente de un compuesto hidroxilo. Sin embargo, para el fin de facilitar las operaciones de reacción, puede utilizarse un solvente inactivo adecuado. Los ejemplos específicos de dicho solvente de reacción son los mismos que los indicados en la sección < Compuesto que presenta grupo ureido.

15 Entre los compuestos carbonilo obtenidos, en el caso de que el éster de ácido carbámico N-sustituido se retenga a una temperatura elevada durante un periodo de tiempo prolongado, puede inducir reacciones secundarias, tales como una reacción de generación de un compuesto que contiene un enlace urea según una reacción de eliminación del éster de ácido carbámico de dos moléculas de éster de ácido carbámico N-sustituido, o una reacción de generación de un grupo alofanato como resultado de una reacción con un grupo isocianato que se ha generado mediante la pirólisis del éster de ácido carbámico N-sustituido, en algunos casos. De acuerdo con lo anterior, el tiempo en que el éster de ácido carbámico N-sustituido y el isocianato se retienen a una temperatura elevada preferentemente es lo más corto posible.

20 Por lo tanto, la reacción pirolítica preferentemente se lleva a cabo mediante un método continuo. El método continuo es un método que comprende suministrar en continuo una mezcla que contiene el éster de ácido carbámico N-sustituido a un recipiente de reacción para someterla a una reacción pirolítica y después descargar en continuo el isocianato y compuesto hidroxilo generados desde el recipiente de reacción pirolítica.

25 En el método continuo, se recupera preferentemente un ingrediente de bajo punto de ebullición generado como resultado de la reacción pirolítica en forma de un ingrediente en fase gaseosa desde la parte superior del recipiente de reacción pirolítica, y el residuo se recupera como ingrediente de fase líquida desde la parte inferior del recipiente de reacción pirolítica. Todos los compuestos existentes en el recipiente de reacción pirolítica pueden recuperarse en forma de ingredientes de fase gaseosa. Sin embargo, la presencia de un ingrediente de fase líquida en el recipiente de reacción pirolítica proporciona un efecto de disolución de un compuesto polimérico generado como reacción secundaria que es inducida por el éster de ácido carbámico N-sustituido y/o isocianato y, de esta manera, se evita que el compuesto polimérico se adhiera y/o se acumule en el recipiente de reacción pirolítica.

30 Se genera un isocianato y un compuesto hidroxilo como resultado de la reacción pirolítica del éster de ácido carbámico N-sustituido. Por lo menos uno de dichos compuestos se recupera en forma de ingrediente en fase gaseosa. Qué compuesto se recupera como ingrediente en fase gaseosa depende de las condiciones de la reacción pirolítica.

35 En la presente memoria, la expresión "ingrediente de bajo punto de ebullición generado como resultado de la reacción pirolítica del éster de ácido carbámico N-sustituido" se utiliza en la presente realización para referirse a un compuesto hidroxilo y/o un isocianato generado como resultado de la reacción pirolítica del éster de ácido carbámico N-sustituido y en particular se refiere a un compuesto que puede encontrarse presente en forma de gas bajo las condiciones en las que se lleva a cabo la presente reacción pirolítica.

40 Por ejemplo, puede adoptarse un método que comprende recuperar un isocianato y un compuesto hidroxilo generados como resultado de la reacción pirolítica en forma de ingredientes en fase gaseosa, y también recuperar un ingrediente en fase líquida que contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido. En el presente método, el isocianato y el compuesto hidroxilo pueden recuperarse del recipiente de reacción pirolítica, por separado.

45 Se suministra el ingrediente en fase gaseosa recuperado que contiene un isocianato, preferentemente en forma de una fase gaseosa, en un aparato de destilación para purificar y separar el isocianato. También resulta posible convertir el ingrediente en fase gaseosa recuperado que contiene un isocianato a una fase líquida utilizando un condensador, y suministrarlo a un aparato de destilación. Sin embargo, el aparato se vuelve complejo, o se requiere una cantidad enorme de energía en muchos casos. De esta manera, no resulta favorable.

50 En el caso de que el ingrediente en fase líquida contenga un éster de ácido carbámico N-sustituido, una parte o la totalidad del ingrediente en fase líquida se suministra preferentemente a la parte superior del recipiente de reacción pirolítica y el éster de ácido carbámico N-sustituido se suministra nuevamente a una reacción pirolítica.

55 En la presente memoria, en el caso de que el recipiente de reacción pirolítica sea una columna de destilación, por ejemplo, la expresión "la parte superior del recipiente de reacción pirolítica" se utiliza para referirse a un plato que se encuentra dos o más platos teóricos más arriba que el fondo de la columna. En el caso de que el recipiente de reacción pirolítica sea un aparato de destilación de película delgada, se refiere a una porción más elevada que la porción que debe calentarse.

60

5 El método para producir el isocianato de la presente realización comprende además una etapa de separar un producto obtenido mediante la reacción pirolítica en un ingrediente en fase gaseosa y un ingrediente en fase líquida y después recuperar una parte o la totalidad de un ingrediente en fase líquida. El ingrediente en fase líquida preferentemente contiene un compuesto que presenta un enlace urea. Además, en el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización, el compuesto que presenta el enlace urea utilizado es preferentemente un compuesto que presenta un enlace urea contenido en el ingrediente en fase líquida obtenido en la etapa anterior.

10 En el caso de que una parte de un ingrediente en fase líquida entero se suministre a la parte superior del recipiente de reacción pirolítica, el ingrediente en fase líquida se transfiere al mismo, reteniéndolo simultáneamente a una temperatura de 50°C a 180°C, más preferentemente de 70°C a 170°C, y todavía más preferentemente de 100°C a 150°C.

15 Además, puede adoptarse un método que comprende recuperar un isocianato y un compuesto hidroxilado generado como resultado de la reacción pirolítica en forma de ingredientes en fase gaseosa, y después recuperar un ingrediente en fase líquida que contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido desde la parte del fondo del recipiente de reacción pirolítica. También en el presente método, se suministra el ingrediente gaseoso recuperado que contiene un isocianato, preferentemente en forma de una fase gaseosa, en un aparato de destilación para purificar y separar el isocianato.

20 Por otra parte, una parte del ingrediente en fase líquida entero que contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido se suministra a la parte superior del recipiente de reacción pirolítica y el éster de ácido carbámico N-sustituido se somete nuevamente a una reacción pirolítica. En el caso de que una parte de un ingrediente en fase líquida entero se suministre a la parte superior del recipiente de reacción pirolítica, el ingrediente en fase líquida se transfiere al mismo, reteniéndolo simultáneamente a una temperatura preferentemente de 50°C a 180°C, más preferentemente de 70°C a 170°C, y todavía más preferentemente de 100°C a 150°C.

25 Además, puede adoptarse un método que comprende recuperar, por ejemplo, un compuesto hidroxilado aromático, de entre un isocianato y un compuesto hidroxilado generado como resultado de la reacción pirolítica, en forma de un ingrediente en fase gaseosa, y después recuperar una mezcla que contiene el isocianato como ingrediente en fase líquida a partir de la parte del fondo del recipiente de reacción pirolítica.

30 En este caso, el ingrediente en fase líquida se suministra a un aparato de destilación y después se recupera un isocianato. En el caso de que el ingrediente en fase líquida contiene un éster de ácido carbámico N-sustituido, preferentemente se suministra una parte o la totalidad de una mezcla que contiene el éster de ácido carbámico N-sustituido en la parte superior del recipiente de reacción pirolítica y el éster de ácido carbámico N-sustituido se somete nuevamente a una reacción pirolítica.

35 En el caso de que una parte de un ingrediente en fase líquida entero se suministre a la parte superior del recipiente de reacción pirolítica, el ingrediente en fase líquida se transfiere al mismo, reteniéndolo simultáneamente a una temperatura preferentemente de 50°C a 180°C, más preferentemente de 70°C a 170°C, y todavía más preferentemente de 100°C a 150°C.

40 Tal como se ha indicado anteriormente, en la reacción pirolítica, el ingrediente en fase líquida preferentemente se recupera de la parte del fondo del recipiente de reacción pirolítica. Lo anterior se debe a que los productos secundarios poliméricos anteriormente indicados generados como resultado de reacciones secundarias inducidas por el éster de ácido carbámico N-sustituido y/o el isocianato pueden disolverse y pueden descargarse en forma de ingredientes en fase líquida desde el recipiente de reacción pirolítica y, de esta manera, debido a que presenta un efecto de reducción de la cantidad de compuesto polimérico que se adhiere y/o que se acumula en el recipiente de reacción pirolítica.

45 En el caso de que el ingrediente en fase líquida contiene el éster de ácido carbámico N-sustituido, una parte de un ingrediente en fase líquida entera se suministra a la parte superior del recipiente de reacción pirolítica, el éster de ácido carbámico N-sustituido se somete nuevamente a una reacción pirolítica. Sin embargo, en el caso de que dicha etapa se lleve a cabo repetidamente, se produce el caso de que los productos secundarios poliméricos se acumulan en el ingrediente en fase líquida. En dicho caso, se elimina una parte del ingrediente en fase líquida entero del sistema de reacción, de manera que las cantidades de productos secundarios poliméricos acumulados pueden reducirse o pueden mantenerse a una concentración determinada.

50 El ingrediente en fase líquida eliminado del sistema de reacción contiene un compuesto hidroxilado en muchos casos. Dicho compuesto hidroxilado puede recuperarse del ingrediente en fase líquida según un método tal como la destilación. El compuesto hidroxilado puede reciclarse como materia prima utilizada en el método para producir un éster de ácido carbámico N-sustituido de la presente realización o como compuesto hidroxilado utilizado en la transesterificación anteriormente indicada.

55 Además, el ingrediente en fase líquida recuperado de la parte del fondo del recipiente de reacción pirolítica contiene un compuesto que presenta un enlace urea en muchos casos. Puede añadirse adicionalmente una etapa de reciclado del compuesto que presenta el enlace urea como materia prima utilizada en el método para producir el compuesto

carbonilo de la presente realización y hacer reaccionar el compuesto que presenta el enlace urea con un derivado de ácido carbónico bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea.

5 Se produce el caso de que el isocianato recuperado contenga un compuesto hidroxí aromático, dependiendo de las condiciones de reacción, las condiciones para recuperar el isocianato o el aparato de reacción. En dicho caso, pueden llevarse a cabo adicionalmente operaciones tales como la destilación, y puede obtenerse un isocianato con la pureza deseada.

10 El tipo de recipiente de reacción pirolítica no se encuentra particularmente limitado. Con el fin de recuperar eficientemente el ingrediente en fase gaseosa, preferentemente se utiliza un aparato de destilación conocido. Por ejemplo, se utilizan diversos tipos de métodos conocidos, tales como un método de utilización de un recipiente de reacción que comprende cualquiera de entre una columna de destilación, una columna de destilación multietapa, un recipiente de reacción multitubular, una columna de destilación multietapa continuo, una columna empacotada, un evaporador de película delgada, un recipiente de reacción que comprende un soporte en el mismo, un recipiente de reacción de circulación forzada, un evaporador de película descendente y un evaporador por goteo, y un método de combinación de dichos dispositivos.

15 Desde el punto de vista de la rápida eliminación de un ingrediente de bajo punto de ebullición del sistema de reacción, preferentemente es un método de utilización de un recipiente de reacción tubular, y más preferentemente, un método de utilización de un recipiente de reacción, tal como un evaporador de película delgada tubular o un evaporador de película descendente tubular. Resulta preferente una estructura con una superficie de contacto gas líquido grande para transferir rápidamente el ingrediente de bajo punto de ebullición generado a la fase gaseosa.

20 Los materiales del recipiente de reacción pirolítica y de la línea no se encuentran particularmente limitados, con la condición de que no afecten al uretano o al compuesto hidroxí aromático como producto, o un isocianato. De esta manera, pueden utilizarse materiales conocidos. Por ejemplo, puede utilizarse el mismo material que el del recipiente de reacción anteriormente indicado para producir el éster de ácido carbámico N-sustituido.

30 < Lavado del recipiente de reacción >

En la producción de un O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido de la presente realización y la producción de un isocianato utilizando el O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido, puede existir el caso en que se genera una pequeña cantidad de producto secundario polimérico. Debido a que este producto secundario polimérico es altamente soluble en el compuesto hidroxí aromático utilizado en la presente realización, se elimina en forma de una solución de compuesto hidroxí aromático respecto del recipiente de reacción. Sin embargo, en el caso de que las condiciones para operar el recipiente de reacción se modifiquen o en el caso de que dicha operación se lleve a cabo durante un periodo de tiempo prolongado, existe el caso de que dicho producto secundario polimérico se adhiera al recipiente de reacción.

40 En tal caso, el interior (en particular, la superficie de pared) del recipiente de reacción en cuestión se lava con un ácido que es un buen solvente del producto secundario polimérico, de manera que el interior del recipiente de reacción pueda mantenerse limpio.

45 El tipo de ácido utilizado en el lavado no se encuentra particularmente limitado, con la condición de que disuelva el producto secundario polimérico. Puede utilizarse un ácido orgánico o un ácido inorgánico. Preferentemente se utiliza un ácido orgánico.

50 Entre los ejemplos de dicho ácido orgánico se incluyen ácido carboxílico, ácido sulfónico, ácido sulfínico, fenoles, enoles, tiofenoles, imidas, oximas y sulfonamidas aromáticas. Preferentemente se utiliza ácido carboxílico y fenoles.

Entre los ejemplos de dicho compuesto se incluyen: 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 piválico, ácido hexanoico, ácido isocaproico, ácido 2-etilbutanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido dodecanoico, ácido tetradecanoico, ácido hexadecanoico, ácido acrílico, ácido crotonoico, ácido isocrotonoico, acetato de vinilo, ácido metacrílico, ácido angélico, ácido tíglico, acetato de alilo o ácido undecenoico; ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido heptanodioico, ácido cotanodioico, ácido nonanodioico, ácido decanodioico, ácido maleico, ácido fumárico, maleato de metilo, fumarato de metilo, ácido petanodioico, ácido itacónico o malonato de alilo; compuestos de ácido tricarbóxico alifático saturado o insaturado, tales como ácido 1,2,3-propanotricarbóxico, ácido 1,2,3-propanotricarbóxico o ácido 2,3-dimetilbutano-1,2,3-tricarboxílico; compuestos de ácido carboxílico aromático, tales como ácido benzoico, benzoato de metilo, benzoato de etilo, benzoato de propilo, benzoato de dimetilo o benzoato de trimetilo; compuestos de ácido dicarboxílico aromático, tales como ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico o isoftalato de metilo; compuestos de ácido tricarbóxico aromático, tales como ácido hemimelítico, ácido trimelítico o ácido trimésico; fenoles monosustituídos, tales como fenol, metilfenol, etilfenol, propilfenol, butilfenol, pentilfenol, hexilfenol, heptilfenol, octilfenol, nonilfenol, decilfenol, dodecilfenol, fenilfenol, fenoxifenol o cumilfenol, y

dimetilfenol, dietilfenol, dipropilfenol, dibutilfenol, dipentilfenol, dihexilfenol, diheptilfenol, dioctilfenol, dinonilfenol, didecilfenol, didodecilfenol, difenilfenol, difenoxifenol y dicumil-fenol.

5 Considerando la influencia causada por el solvente de lavado, que se retiene tras completar la operación de lavado del recipiente de reacción pirolítica, de entre dichos ácidos orgánicos resulta más preferentemente un compuesto hidroxil aromático, y todavía más preferentemente, se utiliza un compuesto del mismo tipo que el compuesto hidroxil aromático puede generarse como resultado del método anteriormente indicado para producir un O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido y/o la reacción pirolítica del O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido.

10 En el caso de que se utilice un compuesto hidroxil aromático como el ácido para el lavado, desde el punto de vista del efecto de lavado, el punto de ebullición estándar del compuesto hidroxil aromático preferentemente presenta una diferencia de punto de ebullición de 10°C o superior respecto al punto de ebullición estándar del isocianato anteriormente indicado, generado como consecuencia de la reacción pirolítica del O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido.

15 Como método de lavado del recipiente de reacción mediante la utilización del solvente de lavado anteriormente indicado, pueden aplicarse diversos métodos, tales como un método de introducción de un solvente de lavado desde la parte superior del recipiente de reacción en el recipiente de reacción para lavarlo, o un método de introducción de un solvente de lavado en la parte del fondo del recipiente de reacción y después someter a ebullición el solvente de lavado en el recipiente de reacción para llevar el interior del mismo.

20 La operación de lavado no se lleva a cabo necesariamente cada vez después de completarse la reacción. El número de operaciones de lavado puede determinarse arbitrariamente dependiendo de los compuestos utilizados, o de la tasa de operación. La operación de lavado puede llevarse a cabo a una frecuencia, preferentemente, de una vez durante el tiempo de operación de 1 a 20000 horas, más preferentemente de una vez durante el tiempo de operación de 1 día a 1 año, y todavía más preferentemente una vez durante el tiempo de operación de 1 mes a 1 año. El recipiente de reacción puede dotarse de una línea para introducir dicho solvente de lavado en el recipiente de reacción.

25 Un compuesto carbonilo resulta industrialmente útil. En particular, en el caso de que dicho compuesto carbonilo sea un éster de ácido carbámico N-sustituido, puede producirse un isocianato mediante la reacción pirolítica del éster de ácido carbámico N-sustituido. De acuerdo con lo anterior, el método para producir el compuesto carbonilo de la presente realización resulta eficaz, y desde el punto de vista industrial, resulta extremadamente importante.

35 Ejemplos

A continuación en la presente memoria, la presente invención se describe específicamente basándose en los ejemplos a continuación. Sin embargo, estos ejemplos no pretenden ser limitativos del alcance de la presente invención.

40 < Método de análisis >

(1) Método de análisis de RMN

Aparato: sistema FT-NMR JNM-A400, fabricado por JEOL Ltd., Japón.

45 • Preparación de muestras de análisis de RMN-¹H y RMN-¹³C

50 Se pesaron aproximadamente 0,3 g de solución de muestra y después, se añadieron aproximadamente 0,7 g de cloroformo deuterado (fabricado por Aldrich, U.S.A., al 99,8%) y 0,05 g de tetrametil-estaño (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón; Wako Ikkyu) como sustancia de estándar interno, seguido de la mezcla homogénea de los mismos. La solución mezclada de esta manera se utilizó como muestra de análisis de RMN.

• Método de análisis cuantitativo

55 Se analizó cada sustancia estándar y basándose en la curva de calibración preparada, la solución de muestra de análisis se sometió a análisis cuantitativo.

(2) Método de análisis de cromatografía líquida

Aparato: sistema LC-10AT, fabricado por Shimadzu Corporation, Japón.

60 Columna: columna Inertsil-ODS, fabricada por GL Sciences Inc., Japón (se conectaron en serie dos columnas Inertsil-ODS)

Eluyente: una solución mixta de solución acuosa 5 mmoles/l de acetato amónico (solución A) y acetonitrilo (solución B).

Caudal de eluyente: 2 ml/min

65 Temperatura de la columna: 35°C

Detector: detector de I.R. (Refractómetro) y detector PDA (por sus siglas en inglés, detector de matriz de fotodiodos; intervalo de longitudes de onda medido: 200 a 300 nm).

5 • Muestras de análisis de cromatografía líquida

Se pesaron aproximadamente 0,1 g de muestra y después aproximadamente 1 g de tetrahidrofurano (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón; deshidratado) y aproximadamente 0,02 g de 1,1-dietil urea (fabricada por Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japón) utilizada como sustancia de estándar interno se añadió a la muestra, seguido de la mezcla homogénea de los mismos. La solución mezclada de esta manera se utilizó como muestra en el análisis de cromatografía líquida.

10 • Método de análisis cuantitativo

Se analizó cada sustancia estándar y basándose en la curva de calibración preparada, la solución de muestra de análisis se sometió a análisis cuantitativo.

(3) Método de medición de la temperatura de disociación térmica. Aparato: TGDTA Analyzer TG8120, fabricado por Rigaku Corporation, Japón.

20 Analizador de EM: GCMS-QP 2010plus, fabricado por Shimadzu Corporation, Japón.
Atmósfera: helio.

Tasa de elevación de la temperatura: 10°C/min.

Intervalo de temperaturas medidas: temperatura ambiente (aproximadamente 25°C) a 400°C.

25 • Método analítico

La muestra (aproximadamente 5 mg) se calentó bajo las condiciones de medición anteriormente indicadas y el gas generado a continuación se analizó utilizando un analizador de EM. La temperatura, a la que se detectaba un compuesto que contenía un grupo NH₂ generado como resultado de la descomposición de un enlace urea, se definió como la temperatura de disociación térmica del compuesto en cuestión.

[Ejemplo 1]

35 • Etapa (1-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 1, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

40 Se mezclaron 6,30 kg (28,1 moles) de 1,3-diciclohexil urea con 13,2 kg (59,5 moles) de 2,6-xilenol para preparar una solución de materia prima. Después, se añadió 2,6-xilenol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presenta 40 platos, y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que pudiese encontrarse en estado de reflujo total. En este momento, la temperatura del plato 15° (contado desde el tope de la columna) dotado de una línea 2 era de 210°C. Esta temperatura era más alta que la temperatura de disociación térmica (205°C) de la 1,3-diciclohexil urea. Mediante una línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h. Simultáneamente, por la línea 2, se alimentó una solución mixta de urea y 2,6-xilenol (concentración de urea: aproximadamente 5% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 6,9 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente de fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 85°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

55 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía (2,3-dimetilfenil)éster de ácido N-ciclohexilcarbámico y que el rendimiento de (2,6-dimetilfenil)éster de ácido N-ciclohexil-carbámico era de aproximadamente 95% respecto a la 1,3-diciclohexil urea.

60 [Ejemplo 2]

• Etapa (2-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

65 Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 1, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

Se mezclaron 8,20 kg (37,4 mmoles) de 1,3-difenil urea con 12,0 kg (162 moles) de n-butanol para preparar una solución de materia prima. Después, se añadió n-butanol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos, y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que pudiese encontrarse en estado de reflujo total. En este tiempo, la presión del tope de la columna era de 12 presiones atmosféricas y la temperatura del 15º plato (contado desde el tope) en el que se encontraba la línea 2 era de 220°C. Esta temperatura era más elevada que la temperatura de disociación térmica (210°C) de la 1,3-diciclohexil urea. Mediante una línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h. Simultáneamente, por la línea 2, se alimentó una solución mixta de urea y n-butanol (concentración de urea: aproximadamente 5% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 9,3 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 50°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía (n-butil)éster de ácido N-fenilcarbámico y que el rendimiento de (2,6-dimetilfenil)éster de ácido N-ciclohexil-carbámico era de aproximadamente 93% respecto a la 1,3-diciclohexil urea.

[Ejemplo 3]

- Etapa (3-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 1, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

Se mezclaron 7,2 kg (12,8 mmoles) de 1,3-dioctadecil urea con 12,2 kg (130 moles) de fenol para preparar una solución de materia prima. Después, se añadió fenol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos, y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que pudiese encontrarse en estado de reflujo total. En este tiempo, la presión del tope de la columna era de 2,3 presiones atmosféricas y la temperatura del 15º plato (contado desde el tope) en el que se encontraba la línea 2 era de 220°C. Esta temperatura era más elevada que la temperatura de disociación térmica (210°C) de la 1,3-dioctadecil urea. Mediante una línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h. Simultáneamente, por la línea 2, se alimentó una solución mixta de carbamato de fenilo y fenol (concentración de carbamato de fenilo: aproximadamente 7% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 4,8 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 50°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía fenil-éster de ácido N-octadecil-carbámico y que el rendimiento de fenil-éster de ácido N-octadecil-carbámico era de aproximadamente 94% respecto a la 1,3-dioctadecil urea.

[Ejemplo de referencia 1]

- Etapa (A-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 1, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

Se mezclaron 1,2 kg (10,3 moles) de 1,6-hexametilén-diamina, 3,1 kg (17,8 moles) de carbonato de di(n-butilo) y 10,3 kg de n-butanol para preparar una solución de materia prima. Después, se añadió n-butanol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos, y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que pudiese encontrarse en estado de reflujo total. En este tiempo, la presión del tope de la columna era de 11 presiones atmosféricas y la temperatura del 15º plato (contado desde el tope) en la línea 2 era de 220°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente

2,5 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,5 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102.

5 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 74% respecto a la 1,6-hexametilen-diamina. Además, dicha solución de reacción contenía dicarbamato de di(n-butil)-6,6'-carbonilbis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diilo) como compuesto que presentaba un enlace urea y el rendimiento de dicarbamato de dibutil-6,6'-carbonilbis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diilo) era de aproximadamente 21% respecto a la 1,6-hexametilen-diamina. La temperatura de disociación térmica del enlace urea contenido en el dicarbamato de di(n-butil)-6,6'-carbonilbis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diilo) era de 205°C.

15 Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15° plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó carbonato de di(n-butilo).

[Ejemplo 4]

20 • Etapa (4-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (A-1) del Ejemplo de referencia 1, con la excepción de que se alimentó una solución mixta de carbonato de di(n-butilo) y n-butanol (concentración de carbonato de di(n-butilo): aproximadamente 50% en peso) por la línea 2 a una tasa de aproximadamente 1,3 kg/h.

25 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 92% respecto a la 1,6-hexametilen-diamina. Además, dicha solución de reacción contenía dicarbamato de di(n-butil)-6,6'-carbonilbis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diilo) como compuesto que presentaba un enlace urea y el rendimiento de dicarbamato de dibutil-6,6'-carbonilbis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diilo) era de aproximadamente 2% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina. La temperatura de disociación térmica del enlace urea contenido en el dicarbamato de di(n-butil)-6,6'-carbonilbis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diilo) era de 205°C. En comparación con el Ejemplo de referencia 1, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de carbonato de di(n-butilo) y n-butanol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con el carbonato de di(n-butilo) bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (220°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

40 [Ejemplo de referencia 2]

• Etapa (B-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

45 Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 1, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

50 Se mezclaron 3,2 kg (18,8 moles) de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 6,6 kg (30,8 moles) de carbonato de difenilo y 8,2 kg (87,2 moles) de fenol para preparar una solución de materia prima. Después, se añadió fenol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos, y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que pudiese encontrarse en estado de reflujo total. En este tiempo, la presión del tope de la columna era de 2,6 presiones atmosféricas y la temperatura del 15° plato (contado desde el tope) en la línea 2 era de 230°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 2,8 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,8 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102.

55 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico y que el rendimiento de éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico era de aproximadamente 61% respecto a la 3-aminometil-3,5,5-trietilciclohexilamina. Además, dicha solución de reacción contenía aproximadamente 30% en masa de dicarbamato de difenil-5,5'-(carbonilbis(azanodiiil)bis(metilén))bis(3,3,3-trimetilciclohexano-5,1-diilo) como compuesto que presentaba un enlace urea. La temperatura de disociación térmica del enlace urea contenido en el dicarbamato de difenil-5,5'-(carbonilbis(azanodiiil)bis(metilén))bis(3,3,3-trimetilciclohexano-5,1-diilo) era de 206°C.

65

Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15° plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó carbonato de difenilo.

5

[Ejemplo 5]

• Etapa (5-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

10 Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (B-1) del Ejemplo de referencia 2, con la excepción de que se alimentó una solución mixta de carbonato de di(n-butilo) y fenol (concentración de carbonato de difenilo: aproximadamente 63% en peso) por la línea 2 a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h.

15 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico y que el rendimiento de éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico era de aproximadamente 93% respecto a la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina.

20 Además, a partir de los resultados anteriormente indicados del Ejemplo de referencia 2, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 206°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de carbonato de difenilo y fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con el carbonato de difenilo bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (230°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

25

[Ejemplo de referencia 3]

30 • Etapa (C-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 1, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

35 Se mezclaron 2,8 kg (13,3 moles) de 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina), 5,2 kg (24,3 moles) de carbonato de difenilo y 18,0 kg (191 moles) de fenol para preparar una solución de materia prima. Después, se añadió fenol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos, y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que pudiese encontrarse en estado de reflujo total. En este tiempo, la presión del tope de la columna era de 2,3 presiones atmosféricas y la temperatura del 15° plato (contado desde el tope) en la línea 2 era de 220°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 2,4 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,4 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102.

40

45

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 4,4'-metilén-bis(ciclohexano-4,1-diil)di(fenil-éster de ácido carbámico) y que el rendimiento del 4,4'-metilén-bis(ciclohexano-4,1-diil)di(fenil-éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 77% respecto a la 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina). Además, dicha solución de reacción contenía aproximadamente 19% en masa de 4,4'-(4,4'-carbonilbis(azanodil)bis(ciclohexano-4,1-diil)bis(metilén))bis(ciclohexano-4,1-diil)di(fenil-éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea. La temperatura de disociación térmica del enlace urea contenido en el 4,4'-(4,4'-carbonilbis(azanodil)bis(ciclohexano-4,1-diil)bis(metilén))bis(ciclohexano-4,1-diil)di(fenil-éster de ácido carbámico) era de 210°C.

50

55

[Ejemplo 6]

• Etapa (6-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

60 Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (C-1) del Ejemplo de referencia 3, con la excepción de que se alimentó una solución mixta de carbonato de difenilo y fenol (concentración de carbonato de difenilo: aproximadamente 58% en peso) por la línea 2 a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h.

65 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 4,4'-metilén-

bis(ciclohexano-4,1-diil)di(fenil-éster de ácido carbámico) y que el rendimiento del 4,4'-metilén-bis(ciclohexano-4,1-diil)di(fenil-éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 95% respecto a la 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina).

Además, a partir de los resultados anteriormente indicados del Ejemplo de referencia 3, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de carbonato de difenilo y fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con el carbonato de difenilo bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (220°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

[Ejemplo de referencia 4]

• Etapa (D-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 1, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

Se mezclaron 3,6 kg (29,5 moles) de 2,4-toluenodiamina, 10,8 kg (53,5 moles) de carbonato de bis(3-metilbutilo) y 8,6 kg (85,1 moles) de 3-metil-1-butanol para preparar una solución de materia prima. Después, se añadió fenol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos y a continuación se sometió a ebullición 3-metil-1-butanol en un rehervidor 105, de manera que se encontrase en un estado de reflujo total. En este tiempo, la presión del tope de la columna era de 9,6 presiones atmosféricas y la temperatura del 15° plato (contado desde el tope) en la línea 2 era de 220°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 2,8 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,8 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 4-metil-1,3-fenilén-di((3-metilbutil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de 4-metil-1,3-fenilén-di((3-metilbutil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 78% respecto a la 2,4-toluenodiamina. Además, dicha solución de reacción contenía aproximadamente 15% en masa de 5,5'-carbonilbis(azanodiil)bis(2-metil-5,1-fenilén)di((3-metilbutil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea. La temperatura de disociación térmica del enlace urea contenido en el 5,5'-carbonil-bis(azanodiil)bis(2-metil-5,1-fenilén)di((3-metilbutil)éster de ácido carbámico) era de 208°C.

[Ejemplo 7]

• Etapa (7-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (D-1) del Ejemplo de referencia 4, con la excepción de que se alimentó una solución mixta de carbonato de bis(3-metilbutilo) y 3-metil-1-butanol (concentración del carbonato de di(3-metilbutilo): 50% en peso) por la línea 2 a una tasa de aproximadamente 2,2 kg/h.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 4-metil-1,3-fenilén-di((3-metilbutil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de 4-metil-1,3-fenilén-di((3-metilbutil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 93% respecto a la 2,4-toluenodiamina.

Además, a partir de los resultados anteriormente indicados del Ejemplo de referencia 4, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 208°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de carbonato de bis(3-metilbutilo) y fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con el carbonato de difenilo bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (220°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

[Ejemplo 8]

• Etapa (8-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 1, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

Se mezclaron 4,3 kg de un copolímero de poliuretano-urea producido a partir de polihexametilenglicol, diisocianato de 4,4'-difenilmetano y etilendiamina con 10,3 kg de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol para preparar una solución de materia prima. Después, se añadió 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que se encontrase en un estado de reflujo total. En este momento, la presión del tope de la columna era de 10 kPa y la temperatura del 15° plato (contado desde el tope de la columna) en la que se encontraba la línea 2 era de 230°C. Esta temperatura era más alta que la temperatura de disociación térmica (210°C) del enlace urea del copolímero de poliuretano-urea, que había sido medido por separado. Mediante una línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 2,2 kg/h. Simultáneamente, por la línea 2, se alimentó una solución mixta de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 5% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 8,2 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,2 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 85°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 4,4'-metilén-bis(4,1-fenilén)di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico).

[Ejemplo 9]

- Etapa (9-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 1, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

Se mezclaron 2,3 kg (19,8 moles) de 1,6-hexametilén-diamina, 28,3 kg (138 moles) de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 2,7 kg (45,0 moles) de urea para preparar una solución de materia prima. Después, se calentó una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos, de manera que la presión del tope de la columna se fijó a aproximadamente 10 kPa. En este tiempo, la presión del 15° plato (contado desde el tope de la columna) en la línea 2 era de 240°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 3,1 kg/h. Simultáneamente, por la línea 2, se alimentó una solución mixta de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 5% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 4,8 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 3,1 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 85°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento del N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 95% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

Además, a partir de los resultados del Ejemplo comparativo 1 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 220°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (240°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

Por otra parte, el ingrediente recuperado en el tanque de almacenamiento 104 se sometió a medición mediante RMN-¹H. Como resultado, se encontró que el ingrediente era una mezcla que contenía 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y urea, y que la concentración de urea era de 9,5% en masa.

- Etapa (9-2): reciclado de mezcla obtenido utilizando un condensador

Mediante la utilización de la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (9-1), se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

La concentración de amonio en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (9-1) era de 440 ppm. Se añadieron 2,3 kg de 1,6-hexametilén-diamina a 27,2 kg de la mezcla a fin de preparar una solución de materia prima. Utilizando la solución de materia prima, se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (9-1). Como resultado, se obtuvo N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico). El rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 95% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

• Etapa (9-3): producción de isocianato mediante pirólisis del éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del aparato mostrado en la figura 2, se produjo un isocianato.

Un aparato de destilación de película delgada 202 con una superficie de calentamiento de 0,1 m² se calentó a 220°C de manera que la presión en el aparato de destilación de película delgada se fijase en aproximadamente 1,8 kPa. La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 en la etapa (9-1) se añadió a un tanque de almacenamiento 201 y después se suministró por una línea 20 al aparato de destilación de película delgada 202 a una tasa de aproximadamente 1,8 kg/h. Se descargó un ingrediente líquido por una línea 22 presentada en la parte del fondo del aparato de destilación de película delgada 202 y después se recuperó en un tanque de almacenamiento 203. Se descargó un ingrediente gaseoso que contenía diisocianato de hexametileno y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol de una línea 21 en la parte superior del aparato de destilación de película delgada 202.

Se introdujo el ingrediente gaseoso en una columna de destilación 204 y se separó diisocianato de hexametileno respecto de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol mediante destilación. Una parte de un ingrediente de alto punto de ebullición que contenía 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol se devolvió al tanque de almacenamiento 203 por una línea 26 en la parte del fondo de una columna de destilación 204; otra parte se suministró a la columna de destilación 204 nuevamente mediante un rehervidor 208 y la parte restante se recuperó en un tanque de almacenamiento 209. Un ingrediente en fase gaseosa que contenía diisocianato de hexametileno se descargó por una línea 24 desde el tope de columna de la columna de destilación 204; después se condensó en un condensador 205 y una parte del condensado se devolvió a la columna de destilación 204. Se obtuvo un condensado que contenía diisocianato de hexametileno en un tanque de almacenamiento 207. El rendimiento era de aproximadamente 90% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

[Ejemplo comparativo 1]

• Etapa (E-1): Producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (9-1) del Ejemplo 9, con la excepción de que no se suministró una mezcla de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol por la línea 2.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento del N,N'-hexanodiiil-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 72% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina. Además, la solución de reacción contenía 6,6'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(hexano-6-1-diiil)di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea. El rendimiento de 6,6'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diiil)di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 22% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina. La temperatura de disociación térmica del enlace urea de 6,6'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diiil)di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de 220°C.

Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15° plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea. Además, se recogió la solución de reacción a partir de un puerto de muestreo en el 4° plato de la columna de destilación, en la que la temperatura era inferior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (220°C) y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

[Ejemplo comparativo 2]

• Etapa (F-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (9-1) del Ejemplo 9, con la excepción de que la temperatura en el 15° plato de la columna de destilación se fijó en 200°C. Debe indicarse que las temperaturas en los platos en los que la reacción en la columna de destilación tenía lugar eran inferiores a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (220°C).

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodii-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento del N,N'-hexanodii-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 48% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina. Además, la solución de reacción contenía 6,6'-carbonil-bis(azanodii)bis(hexano-6-1-dii)di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea, y el rendimiento de 6,6'-carbonil-bis(azanodii)bis(hexano-6,1-dii)di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 31% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina. La temperatura de disociación térmica del enlace urea de 6,6'-carbonil-bis(azanodii)bis(hexano-6,1-dii)di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de 220°C.

[Ejemplo 10]

- Etapa (10-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del aparato mostrado en la figura 3, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

Se mezclaron 2,3 kg (19,8 moles) de 1,6-hexametilén-diamina, 28,3 kg (138 moles) de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 2,7 kg (45,0 moles) de urea para preparar una solución de materia prima. Después, se calentó una columna de destilación de tipo platos 302 que presentaba 40 platos, de manera que la presión del tope de la columna se fijó a aproximadamente 30 kPa. En este tiempo, una línea 31 y una línea 32 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 302 y la temperatura del primer plato era de 235°C. Por la línea 31 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 302, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la de la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 3,1 kg/h. Simultáneamente, por la línea 32, se alimentó una solución mixta de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 5% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 4,8 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 31 a una tasa de aproximadamente 3,1 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 305 por una línea 36 en la parte más inferior de la columna de destilación 302. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 33 en la parte más superior de la columna de destilación 302 y después se condensó utilizando un condensador 303 que se mantuvo a aproximadamente 85°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 304.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 305 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodii-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento del N,N'-hexanodii-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 82% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

Además, a partir de los resultados anteriormente indicados del Ejemplo comparativo 1, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 220°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el primer plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (235°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

[Ejemplo 11]

- Etapa (11-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 4, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

Se mezclaron 3,20 kg (27,6 moles) de 1,6-hexametilén-diamina, 102,0 kg (481 moles) de 4-(α,α -dimetilbencil)fenol y 5,1 kg (85,0 moles) de urea para preparar una solución de materia prima. Después, se calentó una columna de destilación de tipo platos 402 que presentaba 30 platos, de manera que la presión del tope de la columna se fijó a aproximadamente 2 kPa. Después, se llevó a cabo la operación de reflujo total del 4-(α,α -dimetilbencil)fenol. En este tiempo, la temperatura del plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 402 que comprendía una línea 40 para suministrar la solución de materia prima era de 200°C. Por la línea 40 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 402, se introdujo en la columna una solución mixta que presentaba la misma composición que la de la solución de materia prima, a una tasa de aproximadamente 3,2 kg/h. En este tiempo, por la línea 41 en el tercer plato de la columna de destilación, se alimentó una solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 7,5% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 1,34 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró

5 por la línea 40 a una tasa de aproximadamente 3,2 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 405 por una línea 46 en la parte más inferior de la columna de destilación 402. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa en un tanque de almacenamiento 404 por una línea 45 en la parte más superior de la columna de destilación 402 y después se condensó utilizando un condensador 403 que se mantuvo a aproximadamente 85°C. La temperatura del tercer plato en la línea 41 era de 215°C.

10 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 405 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodii-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodii-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) era de aproximadamente 83% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

15 Además, a partir de los resultados del Ejemplo comparativo 3 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el primer plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-(α,α-dimetilbencil)fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (210°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

20 [Ejemplo comparativo 3]

• Etapa (G-1)

25 Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (11-1) del Ejemplo 11, con la excepción de que no se alimentó una mezcla de urea y 4-(α,α-dimetilbencil)fenol por la línea 41 en el tercer plato de la columna de destilación.

30 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodii-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodii-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) era de aproximadamente 52% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina. Además, la solución de reacción contenía 6,6'-carbonil-bis(azanodii)bis(hexano-6-1-dii)di((4-α,α-dimetilbencil)fenil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea. El rendimiento de 6,6'-carbonil-bis(azanodii)bis(hexano-6,1-dii)di((4-α,α-dimetilbencil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 30% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina. La temperatura de disociación térmica del enlace urea de 6,6'-carbonil-bis(azanodii)bis(hexano-6,1-dii)di((α,α-dimetilbencil)fenil)éster de ácido carbámico) era de 210°C.

40 Además, durante la operación estable, se recogió la solución de reacción de un puerto de muestreo en el segundo plato de la columna de destilación, en el que la temperatura era inferior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (210°C) y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

[Ejemplo 12]

45 • Etapa (12-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (11-1) del Ejemplo 11, con la excepción de que se alimentó una solución mixta de urea y 4-(α,α-dimetilbencil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 7,5% en peso) a una tasa de aproximadamente 1,34 kg/h por una línea 42 en el 5º plato de la columna de destilación, en lugar de la línea 41 en el tercer plato de la misma.

50 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 405 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodii-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodii-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) era de aproximadamente 89% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

55 Además, a partir de los resultados anteriormente indicados del Ejemplo comparativo 3, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 5º plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-(α,α-dimetilbencil)fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea, generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

65 [Ejemplo 13]

• Etapa (13-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (11-1) del Ejemplo 11, con la excepción de que se alimentó una solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 7,5% en peso) a una tasa de aproximadamente 1,34 kg/h por una línea 43 en el 7º plato de la columna de destilación, en lugar de la línea 41 en el tercer plato de la misma.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 405 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodil-di((4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) era de aproximadamente 96% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

Además, a partir de los resultados anteriormente indicados del Ejemplo comparativo 3, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 7º plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea, generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

[Ejemplo 14]

• Etapa (14-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (11-1) del Ejemplo 11, con la excepción de que se alimentó una solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 7,5% en peso) a una tasa de aproximadamente 1,34 kg/h por una línea 44 en el 10º plato de la columna de destilación, en lugar de la línea 41 en el tercer plato de la misma.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 405 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodil-di((4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) era de aproximadamente 96% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

Además, a partir de los resultados anteriormente indicados del Ejemplo comparativo 3, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 10º plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea, generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

Por otra parte, el ingrediente recuperado en el tanque de almacenamiento 404 se sometió a medición mediante RMN-¹H. Como resultado, se encontró que el ingrediente era una mezcla que contenía 4-(α,α -dimetilbencil)fenol y urea, y que la concentración de urea era de 5,0% en masa.

• Etapa (14-2): reciclado de mezcla obtenido utilizando un condensador

Mediante la utilización de la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 404 en la etapa (14-1), se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

La concentración de amonio en la mezcla recuperada en el tanque de almacenamiento 404 en la etapa (14-1) era de 630 ppm. Se añadieron 3,2 kg de 1,6-hexametilén-diamina a 71,7 kg de la mezcla a fin de preparar una solución de materia prima. Utilizando la solución de materia prima, se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (14-1). Como resultado, se obtuvo N,N'-hexanodil-di((4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico). El rendimiento de N,N'-hexanodil-di((4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) era de aproximadamente 96% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

• Etapa (14-3): producción de isocianato mediante pirólisis del éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del aparato mostrado en la figura 2, se produjo un isocianato.

Un aparato de destilación de película delgada 202 con una superficie de calentamiento de 0,1 m² se calentó a 220°C de manera que la presión en el aparato de destilación de película delgada se fijase en aproximadamente 1,3 kPa. Se

llevó a cabo el mismo método que en la etapa (9-3) del Ejemplo 9, con la excepción de que la solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 en la etapa (14-1) se añadió a un tanque de almacenamiento 201 y después se suministró por una línea 20 al aparato de destilación de película delgada 202 a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h. Se obtuvo un condensado que contenía diisocianato de hexametileno en un tanque de almacenamiento 207.

[Ejemplo 15]

• Etapa (15-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 5, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

Se mezclaron 3,20 kg (27,6 moles) de 1,6-hexametilén-diamina, 102,0 kg (481 moles) de 4-(α,α -dimetilbencil)fenol y 5,1 kg (85,0 moles) de urea para preparar una solución de materia prima. Después, se calentó una columna de destilación de tipo platos 502 que presentaba 30 platos, de manera que la presión del tope de la columna se fijó a aproximadamente 8 kPa. Después, se llevó a cabo la operación de reflujo total del 4-(α,α -dimetilbencil)fenol. En este tiempo, la temperatura del plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 502 que comprendía una línea 50 para suministrar la solución de materia prima era de 240°C y la temperatura de los demás platos era de 240°C o más elevada. Por la línea 50 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 502 y también por una línea 52 en el 20° plato de la misma, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la de la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 1,6 kg/h. Simultáneamente, por una línea 51 en el 15° plato de la columna de destilación 502 y también por una línea 53 en el 25° plato de la misma, se alimentó una solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 7,5% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 0,67 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 50 a una tasa de aproximadamente 1,6 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 505 por una línea 56 en la parte más inferior de la columna de destilación 502. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 55 en la parte más superior de la columna de destilación 502 y después se condensó utilizando un condensador 503 que se mantuvo a aproximadamente 85°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 504.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 505 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiiil-di((4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) era de aproximadamente 97% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

Además, a partir de los resultados anteriormente indicados del Ejemplo comparativo 3, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15° y 25° platos para suministrar la solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea, generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

[Ejemplo 16]

• Etapa (16-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Mediante la utilización del recipiente de reacción mostrado en la figura 1, se produjo un éster de ácido carbámico N-sustituido.

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (13-1) del Ejemplo 13, con la excepción de que se utilizó una solución de materia prima preparada mediante la mezcla de 1,4 kg (12,1 moles) de 1,6-hexametilén-diamina, 38,3 kg (518 moles) de n-butanol y 2,7 kg (45,0 moles) de urea, que la presión del tope de la columna se fijó en aproximadamente 1,2 kPa y que por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación, se suministró la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 2,8 kg/h y por la línea 2 en el 15° plato de la columna de destilación, se suministró en la columna una solución mixta de urea y n-butanol (concentración de urea: aproximadamente 5% en peso) a una tasa de aproximadamente 1,2 kg/h. En este tiempo, la temperatura del 15° plato, en el que se encontraba la línea 2, era de 220°C.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 90% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

Además, a partir de los resultados del Ejemplo de referencia 5 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de urea y n-butanol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (220°C) para generar un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

[Ejemplo de referencia 5]

- Etapa (H-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (16-1) del Ejemplo 16, con la excepción de que no se suministró por la línea 2 una solución mixta de urea y n-butanol.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) y el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 65% respecto a la hexametilén-diamina. Además, la solución de reacción contenía 6,6'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diiil)di((n-butil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea. El rendimiento de 6,6'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diiil)di((4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 32% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina. La temperatura de disociación térmica del enlace urea del 6,6'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diiil)di((n-butil)éster de ácido carbámico) era de 210°C.

Además, durante la operación estable, se recogió la solución de reacción a partir de un puerto de muestreo en el 15° plato de la columna de destilación y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

[Ejemplo 17]

- Etapa (17-1): producción de compuesto que presenta grupo ureido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 6.

En un estado en el que una línea 66 se encontraba cerrada, se mezclaron 83,0 kg (392 moles) de 4-(α,α -dimetilbencil)fenol con 5,1 kg (85,0 mole) de urea en un tanque de almacenamiento 601 que había sido calentado a 120°C y la solución mixta seguidamente se transfirió a un tanque de agitación 603 que había sido calentado a 120°C. En un estado en el que la solución mixta se agitó en el tanque de agitación 603, se suministraron 2,5 kg de 1,6-hexametilén-diamina a partir de un tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 por una línea 62 a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h. Tras completar el suministro de la 1,6-hexametilén-diamina, la mezcla se agitó durante aproximadamente 4 horas y a continuación se muestreó la solución de reacción. La solución de reacción se analizó mediante cromatografía líquida. Como resultado, se generó 1,6-hexametilén-diurea con un rendimiento de aproximadamente 97% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

Después, se abrió la línea 66, y a continuación se transfirió la solución de reacción por la línea 66 hasta un tanque de almacenamiento 606.

- Etapa (17-2): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 1.

Se añadió 4-(α,α -dimetilbencil)fenol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que se encontrase en un estado de reflujo total. En este tiempo, la presión del tope de la columna era de 2 kPa y la temperatura del 15° plato (contado desde el tope de la columna) en el que se encontraba una línea 2 era de 240°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo en la columna una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de reacción obtenida en la etapa (17-1), a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h. Simultáneamente, por la línea 2, se alimentó una solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 7,5% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 1,6 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima obtenida en la etapa (17-1) se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando

un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 85°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

5 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiil-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodiil-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) era de aproximadamente 95% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

10 Además, a partir de los resultados del Ejemplo comparativo 4 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-(α,α-dimetilbencil)fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (240°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

• Etapa (17-3)

20 El condensado recuperado en el tanque de almacenamiento 104 en la etapa (17-2) se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que el condensado era una solución que contenía urea, biuret y 4-(α,α-dimetilbencil)fenol y que la urea se encontraba contenida en un porcentaje en peso de aproximadamente 6,3% y que el biuret se encontraba contenido en un porcentaje en peso de aproximadamente 0,1%.

25 Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (17-2), con la excepción de que el condensado se alimentó por la línea 2 a una tasa de aproximadamente 1,9 kg/h, en lugar de la solución mixta de urea y 4-(α,α-dimetilbencil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 7,5% en peso).

30 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiil-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodiil-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) era de aproximadamente 95% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

[Ejemplo comparativo 4]

35 • Etapa (I-1)

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (17-1) del Ejemplo 17 con el fin de obtener una solución de reacción que contenía 1,6-hexametilén-diurea.

40 • Etapa (I-2)

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (17-2) del Ejemplo 17, con la excepción de que la solución mixta de urea y 4-(α,α-dimetilbencil)fenol no se alimentó por la línea 2.

45 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiil-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodiil-di((4-((α,α-dimetilbencil)fenil)éster) de ácido carbámico) era de aproximadamente 57% respecto a la hexametilén-diamina. Además, la solución de reacción contenía 6,6'-carbonil-bis(azanodiil)bis(hexano-6-1-diil)di((4-α,α-dimetilbencil)fenil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea. El rendimiento de 6,6'-carbonil-bis(azanodiil)bis(hexano-6,1-diil)di((4-α,α-dimetilbencil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 35% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina. La temperatura de disociación térmica del enlace urea de 6,6'-carbonil-bis(azanodiil)bis(hexano-6,1-diil)di((α,α-dimetilbencil)fenil)éster de ácido carbámico) era de 210°C.

55 Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15° plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea. Además, se recogió la solución de reacción a partir de un puerto de muestreo en el 4° plato de la columna de destilación, en la que la temperatura era inferior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (210°C) y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

[Ejemplo 18]

65 • Etapa (18-1): producción de compuesto que presenta grupo ureido

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (17-1) del Ejemplo 17, con la excepción de que se utilizaron 63,2 kg

de n-butanol en lugar de 4-(α,α -dimetilbencil)fenol y que se utilizaron 2,4 kg (20,7 moles) de 1,6-hexametilén-diamina y 4,8 kg (80,0 moles) de urea. La solución de reacción se muestreó y seguidamente se analizó mediante cromatografía líquida. Como resultado, se encontró que se generaba 1,6-hexametilén-diurea con un rendimiento de aproximadamente 88% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

5

- Etapa (18-2): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (17-2) del Ejemplo 17, con la excepción de que se utilizó n-butanol en lugar de 4-(α,α -dimetilbencil)fenol, que la presión en el tope de columna de la columna de destilación 102 se había fijado en aproximadamente 1,2 kPa, que la temperatura del 15º plato (contado desde el tope de la columna) en donde se encontraba la línea 2 se había fijado en 220°C y que se utilizó la solución de reacción obtenida en la etapa (18-1) en lugar de la solución de reacción obtenida en la etapa (17-1).

10

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 85% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina.

15

Además, a partir de los resultados del Ejemplo de referencia 6 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15º plato para suministrar la solución mixta de urea y n-butanol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (220°C) para generar un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

20

25

- Etapa (18-3): transesterificación

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 7.

30

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 en la etapa (18-2) se añadió a un tanque de almacenamiento 701 y después, se añadió 2,4-di-terc-amil-fenol en una proporción estequiométrica de 10: 1 respecto a la cantidad de N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) contenida en la solución de reacción, y además, se añadió dilaurato de dibutil-estaño en una proporción estequiométrica de 0,01: 1 respecto a la misma sustancia indicada anteriormente, preparando de esta manera una solución homogénea.

35

Una columna empaquetada 702 llena de un relleno (Heli-Pack nº 3) se calentó a 240°C y la presión en el interior de la misma se fijó en 26 kPa. Por una línea 71 en la columna empaquetada 702, se alimentó a la columna la solución mixta contenida en el tanque de almacenamiento 701, a una tasa de aproximadamente 1,2 kg/h. Por una línea 74 en la parte más inferior de la columna empaquetada 702, se recuperó en un tanque de almacenamiento 705. Se introdujo un ingrediente en fase gaseosa en un condensador 703 por una línea 72 en la parte más superior de la columna empaquetada 702 y el ingrediente en fase líquida obtenido seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 704 mediante un separador gas-líquido 707. La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 705 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción contenía N,N'-hexanodiiil-di((2,4-di-terc-amilfenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((2,4-di-terc-amilfenil)éster de ácido carbámico) era de 85% respecto a N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico).

40

45

[Ejemplo de referencia 6]

50

- Etapa (J-1)

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (18-1) del Ejemplo 18 con el fin de obtener una solución de reacción que contenía 1,6-hexametilén-diurea.

55

- Etapa (J-2)

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (18-2) del Ejemplo 18, con la excepción de que la solución mixta y el n-butanol no se suministraron por la línea 2.

60

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de N,N'-hexanodiiil-di((n-butil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 68% respecto a la hexametilén-diamina. Además, la solución de reacción contenía 6,6'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(hexano-6,1-diiil)di((n-butil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace

65

urea. El rendimiento de 6,6'-carbonil-bis(azanodiil)bis(hexano-6,1-diil)di((4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 35% respecto a la 1,6-hexametilén-diamina. La temperatura de disociación térmica del enlace urea del 6,6'-carbonil-bis(azanodiil)bis(hexano-6,1-diil)di((n-butil)éster de ácido carbámico) era de 205°C.

5 Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15º plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

[Ejemplo 19]

10 • Etapa (19-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el recipiente de reacción mostrado en la figura 1.

15 Se mezclaron 2,8 kg (16,4 moles) de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, 42,8 kg (252 moles) de 4-fenil-fenol y 3,2 kg (53,3 moles) de urea para preparar una solución de materia prima. Después, se calentó una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos, de manera que la presión del tope de la columna se fijó a aproximadamente 10 kPa. En este tiempo, la presión del 15º plato (contado desde el tope de la columna) en la línea 2 era de 245°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima en la columna a una tasa de aproximadamente 2,8 kg/h. Por una línea 2, se alimentó en la columna una solución mixta de urea y 4-fenil-fenol (concentración de urea: aproximadamente 6,3% en peso), a una tasa de aproximadamente 1,8 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,8 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 150°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

30 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 3-((4-fenilfenoxi)carbonilaminometil)-((4-fenilfenil)éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico) y que el rendimiento de 3-((4-fenilfenoxi)carbonilaminometil)-((4-fenilfenil)éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico) era de aproximadamente 92% respecto a la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina.

35 Además, a partir de los resultados del Ejemplo de referencia 7 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 220°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15º plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-fenil-fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (245°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

[Ejemplo de referencia 7]

45 • Etapa (K-1)

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (19-1) del Ejemplo 19, con la excepción de que la solución mixta de urea y 4-fenil-fenol no se alimentó por la línea 2.

50 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 3-((4-fenilfenoxi)carbonilaminometil)-((4-fenilfenil)éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico) y que el rendimiento de 3-((4-fenilfenoxi)carbonilaminometil)-((4-fenilfenil)éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico) era de aproximadamente 61% respecto a la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina. Además, la solución de reacción contenía aproximadamente 30% en masa de dicarbamato de di((4-fenilfenil)-5,5'-(carbonil-bis(azanodiil)bis(metilén))bis(3,3,3-trimetilciclohexano-5,1-diilo) como compuesto que presentaba un enlace urea. La temperatura de disociación térmica del enlace urea del dicarbamato de di((4-fenilfenil)-5,5'-(carbonil-bis(azanodiil)bis(metilén))bis(3,3,5-trimetilciclohexano-5,1-diilo) era de 220°C.

60 Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15º plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

[Ejemplo 20]

65 • Etapa (20-1): producción de compuesto que presenta grupo ureido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 6.

5 En un estado en el que una línea 66 se encontraba cerrada, se mezclaron 52,8 kg (249 moles) de 4-(α,α -
 10 dimetilbencil)fenol con 4,2 kg (70 moles) de urea en un tanque de almacenamiento 601 que había sido calentado a 120°C y la solución mixta seguidamente se transfirió a un tanque de agitación 603 que había sido calentado a 120°C. En un estado en el que la solución mixta se agitó en el tanque de agitación 603, se suministraron 2,9 kg de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina a partir de un tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 por una línea 62 a una tasa de aproximadamente 1,8 kg/h. Tras completar el suministro de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, la mezcla se agitó durante aproximadamente 4 horas y a continuación se muestreó la solución de reacción. La solución de reacción se analizó mediante cromatografía líquida. Como resultado, se generó 3-ureidometil-3,5,5-trimetilciclohexil urea con un rendimiento de aproximadamente 97% respecto a la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina.

15 Después, se abrió la línea 66, y a continuación se transfirió la solución de reacción por la línea 66 hasta un tanque de almacenamiento 606.

• Etapa (20-2): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

20 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 1.

25 Se añadió 4-(α,α -dimetilbencil)fenol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que se encontrase en un estado de reflujo total. En este tiempo, la presión del tope de la columna era de 2 kPa y la temperatura del 15° plato (contado desde el tope de la columna) en el que se encontraba una línea 2 era de 240°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo en la columna una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de reacción obtenida en la etapa (20-1), a una tasa de aproximadamente 1,9 kg/h. Simultáneamente, por la línea 2, se alimentó una solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 7,5% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 1,6 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima obtenida en la etapa (20-1) se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 1,9 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 85°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

35 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 3-((4-(α,α -dimetilbencil)fenoxi)carbonilaminometil)-(4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico y que el rendimiento de 3-((4-(α,α -dimetilbencil)fenoxi)carbonilaminometil)-(4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico era de aproximadamente 95% respecto a la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina.

45 Además, a partir de los resultados del Ejemplo comparativo 5 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 215°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (230°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

[Ejemplo comparativo 5]

55 • Etapa (L-1)

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (20-2) del Ejemplo 20, con la excepción de que la solución mixta de urea y 4-(α,α -dimetilbencil)fenol no se alimentó por la línea 2.

60 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 3-((4-(α,α -dimetilbencil)fenoxi)carbonilaminometil)-(4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico) y que el rendimiento de 3-((4-(α,α -dimetilbencil)fenoxi)carbonilaminometil)-(4-(α,α -dimetilbencil)fenil)éster de ácido 3,5,5-trimetilciclohexil carbámico) era de aproximadamente 48% respecto a la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina. Además, la solución de reacción contenía aproximadamente 30% en masa de dicarbamato de di(α,α -dimetilbencil)fenil)-5,5'-(carbonil-bis(azanodii)bis(metilén))bis(3,3,3-trimetilciclohexano-5,1-diilo) como

compuesto que presentaba un enlace urea. La temperatura de disociación térmica del enlace urea del dicarbamato de di(4-(α,α -dimetilbencil)fenil)-5,5'-(carbonil-bis(azanodiil)bis(metilén))bis(3,3,5-trimetilciclohexano-5,1-diilo) era de 215°C.

5 Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15° plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea. Además, se recogió la solución de reacción a partir de un puerto de muestreo en el tercer plato de la columna de destilación, en el que la temperatura era inferior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (215°C) y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

10

[Ejemplo 21]

• Etapa (21-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

15 Se utilizó el recipiente de reacción mostrado en la figura 1.

Se mezclaron 3,5 kg (16,6 moles) de 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina), 62,1 kg (323 moles) de 4-heptil-fenol y 3,8 kg (63,3 moles) de urea para preparar una solución de materia prima. Después, se calentó una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos, de manera que la presión del tope de la columna se fijó a aproximadamente 3 kPa. En este tiempo, la presión del 15° plato (contado desde el tope de la columna) en la línea 2 era de 250°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo en la columna una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima, a una tasa de aproximadamente 2,1 kg/h. Por una línea 2, se alimentó en la columna una solución mixta de urea y 4-heptil-fenol (concentración de urea: aproximadamente 3,8% en peso), a una tasa de aproximadamente 1,6 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,8 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 150°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción contenía 4,4'-(4,4'-carbonil-bis(azanodiil)bis(ciclohexano-4,1-diil)bis(metilén)di((4-heptilfenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de 4,4'-(4,4'-carbonil-bis(azanodiil)bis(ciclohexano-4,1-diil)bis(metilén)di((4-heptilfenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 90% respecto a la 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina).

Además, a partir de los resultados del Ejemplo de referencia 8 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-heptil-fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (250°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

45 [Ejemplo de referencia 8]

• Etapa (M-1)

50 Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (21-1) del Ejemplo 21, con la excepción de que la solución mixta de urea y 4-heptil-fenol no se alimentó por la línea 2.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 4,4'-metilén-bis(ciclohexano-4,1-diil)di((4-heptilfenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento del 4,4'-metilén-bis(ciclohexano-4,1-diil)di((4-heptilfenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 55% respecto a la 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina). Además, dicha solución de reacción contenía aproximadamente 19% en masa de 4,4'-(4,4'-carbonil-bis(azanodiil)bis(ciclohexano-4,1-diil)bis(metilén))bis(ciclohexano-4,1-diil)di((4-heptilfenil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea. La temperatura de disociación térmica del enlace urea de 4,4'-(4,4'-carbonilbis(azanodiil)bis(ciclohexano-4,1-diil)bis(metilén))bis(ciclohexano-4,1-diil)di((4-heptilfenil)éster de ácido carbámico) era de 210°C.

Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15° plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

65 [Ejemplo 22]

- Etapa (22-1): producción de compuesto que presentaba grupo ureido. Se utilizó el aparato mostrado en la figura 6.

En un estado en el que una línea 66 se encontraba cerrada, se mezclaron 60,1 kg (273 moles) de 4-nonil-fenol con 3,5 kg (58,3 moles) de urea en un tanque de almacenamiento 601 que había sido calentado a 120°C y la solución mixta seguidamente se transfirió a un tanque de agitación 603 que había sido calentado a 120°C. En un estado en el que la solución mixta se había agitado en el tanque de agitación 603, se suministraron 2,8 kg de 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina) a partir de un tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 por una línea 62 a una tasa de aproximadamente 3,0 kg/h. Tras completar el suministro de la 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina), la mezcla se agitó durante aproximadamente 4 horas y a continuación se muestreo la solución de reacción. La solución de reacción se analizó mediante cromatografía líquida. Como resultado, se generó 4,4'-metilén-bis(ciclohexil urea) con un rendimiento de aproximadamente 99% respecto a la 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina).

Después, se abrió la línea 66, y a continuación se transfirió la solución de reacción por la línea 66 hasta un tanque de almacenamiento 606.

- Etapa (22-2): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 1.

Se añadió 4-nonil-fenol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que se encontrase en un estado de reflujo total. En este tiempo, la presión del tope de la columna era de 2,5 kPa y la temperatura del 15º plato (contado desde el tope de la columna) en el que se encontraba una línea 2 era de 240°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo en la columna una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de reacción obtenida en la etapa (26-1), a una tasa de aproximadamente 1,9 kg/h. Simultáneamente, por la línea 2, se alimentó una solución mixta de urea y 4-nonil-fenol (concentración de urea: aproximadamente 4,2% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 1,2 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima obtenida en la etapa (22-1) se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 1,9 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 85°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción contenía 4,4'-(4,4'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(ciclohexano-4,1-diiil)bis(metilén)di((4-nonilfenil)éster de ácido carbámico)) y que el rendimiento de 4,4'-(4,4'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(ciclohexano-4,1-diiil)bis(metilén)di((4-nonilfenil)éster de ácido carbámico)) era de aproximadamente 92% respecto a la 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina).

Además, a partir de los resultados del Ejemplo de referencia 9 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15º plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-heptil-fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (240°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

[Ejemplo de referencia 9]

- Etapa (N-1)

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (22-2) del Ejemplo 22, con la excepción de que la solución mixta de urea y 4-nonil-fenol no se alimentó por la línea 2.

La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 4,4'-metilén-bis(ciclohexano-4,1-diiil)di((4-nonilfenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento del 4,4'-metilén-bis(ciclohexano-4,1-diiil)di((4-nonilfenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 52% respecto a la 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina). Además, dicha solución de reacción contenía aproximadamente 19% en masa de 4,4'-(4,4'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(ciclohexano-4,1-diiil)bis(metilén))bis(ciclohexano-4,1-diiil)di((4-nonilfenil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea. La temperatura de disociación térmica del enlace urea de 4,4'-(4,4'-carbonilbis(azanodiiil)bis(ciclohexano-4,1-diiil)bis(metilén))bis(ciclohexano-4,1-diiil)di((4-nonilfenil)éster de ácido carbámico) era de 210°C.

Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15° plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

5 [Ejemplo 23]

• Etapa (23-1): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

Se utilizó el recipiente de reacción mostrado en la figura 1.

10 Se mezclaron 1,6 kg (13,1 moles) de 2,4-tolueno-diamina, 37,8 kg (184 moles) de 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol y 2,8 kg (46,7 moles) de urea para preparar una solución de materia prima. Después, se calentó una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos, de manera que la presión del tope de la columna se fijó a aproximadamente 6 kPa. En este tiempo, la presión del 15° plato (contado desde el tope de la columna) en la línea 2 era de 250°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo en la columna una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de materia prima, a una tasa de aproximadamente 1,7 kg/h. Por la línea 2, se alimentó una solución mixta de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol (concentración de urea: aproximadamente 5% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 1,3 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 1,7 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 150°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

25 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción contenía 5,5'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(2-metil-5,1-fenilén)di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de 5,5'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(2-metil-5,1-fenilén)di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 90% respecto a la 2,4-toluenodiamina.

35 Además, a partir de los resultados del Ejemplo comparativo 6 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (240°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

40 [Ejemplo comparativo 6]

• Etapa (P-1)

45 Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (23-1) del Ejemplo 23, con la excepción de que la solución mixta de urea y 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol no se alimentó por la línea 2.

50 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción contenía (4-metil-1,3-fenilén-di((1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de 4-metil-1,3-fenilén-di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 38% respecto a la 2,4-toluenodiamina. Además, la solución de reacción contenía aproximadamente 15% en masa de 5,5'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(2-metil-5,1-fenilén)di((1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea. La temperatura de disociación térmica del enlace urea de 5,5'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(2-metil-5,1-fenilén)di((4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenil)éster de ácido carbámico) era de 210°C.

55 Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15° plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea. Además, se recogió la solución de reacción a partir de un puerto de muestreo en el tercer plato de la columna de destilación, en el que la temperatura era inferior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (210°C) y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

[Ejemplo 24]

65 • Etapa (24-1): Producción de compuesto que presenta grupo ureido

Se utilizó el aparato mostrado en la figura 6.

5 En un estado en el que una línea 66 se encontraba cerrada, se mezclaron 45,2 kg (205 moles) de 4-nonil-fenol con 3,3 kg (55,0 moles) de urea en un tanque de almacenamiento 601 que había sido calentado a 120°C y la solución mixta seguidamente se transfirió a un tanque de agitación 603 que había sido calentado a 120°C. En un estado en el que la solución mixta se había agitado en el tanque de agitación 603, se suministraron 1,4 kg de 2,4-toluenodiamina a partir de un tanque de almacenamiento 602 al tanque de agitación 603 por una línea 62 a una tasa de aproximadamente 2,5 kg/h. Tras completar el suministro de la 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina), la mezcla se agitó durante aproximadamente 4 horas y a continuación se muestreo la solución de reacción. La solución de reacción se analizó mediante cromatografía líquida. Como resultado, se generó 2,4-tolueno-diurea con un rendimiento de aproximadamente 98% respecto a la 2,4-toluenodiamina.

15 Después, se abrió la línea 66, y a continuación se transfirió la solución de reacción por la línea 66 hasta un tanque de almacenamiento 606.

• Etapa (24-2): producción de éster de ácido carbámico N-sustituido

20 Se utilizó el aparato mostrado en la figura 1.

25 Se añadió 4-nonil-fenol a una columna de destilación de tipo platos 102 que presentaba 40 platos y después se sometió a ebullición con un rehervidor 105, de manera que se encontrase en un estado de reflujo total. En este tiempo, la presión del tope de la columna era de 2,5 kPa y la temperatura del 15º plato (contado desde el tope de la columna) en el que se encontraba una línea 2 era de 250°C. Por la línea 1 en el plato más superior (el primer plato) de la columna de destilación 102, se introdujo en la columna una solución mixta que presentaba la misma composición que la solución de reacción obtenida en la etapa (28-1), a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h. Simultáneamente, por la línea 2, se alimentó una solución mixta de urea y 4-nonil-fenol (concentración de urea: aproximadamente 4,2% en peso) en la columna a una tasa de aproximadamente 1,1 kg/h. Tras estabilizar las condiciones operativas, la solución de materia prima obtenida en la etapa (28-1) se suministró por la línea 1 a una tasa de aproximadamente 2,0 kg/h y la solución de reacción seguidamente se recuperó en un tanque de almacenamiento 105 por una línea 6 en la parte más inferior de la columna de destilación 102. Se recuperó un ingrediente en fase gaseosa por una línea 3 en la parte más superior de la columna de destilación 102 y después se condensó utilizando un condensador 103 que se mantuvo a aproximadamente 85°C. El ingrediente obtenido de esta manera se recuperó en un tanque de almacenamiento 104.

35 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción contenía 5,5'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(2-metil-5,1-fenilén)di((4-nonilfenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de 5,5'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(2-metil-5,1-fenilén)di((4'-nonilfenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 89% respecto a la 2,4-toluenodiamina.

40 Además, a partir de los resultados del Ejemplo de referencia 10 anteriormente indicado, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 210°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, tal como se ha indicado anteriormente, en el 15º plato para suministrar la solución mixta de urea y 4-nonil-fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (250°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

[Ejemplo de referencia 10]

50 • Etapa (Q-1)

Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (24-2) del Ejemplo 24, con la excepción de que la solución mixta de urea y 4-nonil-fenol no se alimentó por la línea 2.

55 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía 4-metil-1,3-fenilén-di((4-nonilfenil)éster de ácido carbámico) y que el rendimiento de 4-metil-1,3-fenilén-di((4-nonilfenil)éster de ácido carbámico) era de aproximadamente 38% respecto a la 2,4-toluenodiamina. Además, la solución de reacción contenía aproximadamente 15% en masa de 5,5'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(2-metil-5,1-fenilén)di((4-nonil)fenil)éster de ácido carbámico) como compuesto que presentaba un enlace urea. La temperatura de disociación térmica del enlace urea de 5,5'-carbonil-bis(azanodiiil)bis(2-metil-5,1-fenilén)di((4-nonil)fenil)éster de ácido carbámico) era de 207°C.

60 Además, la solución de reacción se recogió a partir de un puerto de muestreo en el 15º plato de la columna de destilación durante la operación constante y seguidamente se analizó. Como resultado, no se detectó urea.

65 [Ejemplo 25]

• Etapa (25-1)

5 Se llevó a cabo el mismo método que en la etapa (B-1) del Ejemplo de referencia 2, con la excepción de que se alimentó una solución mixta de carbamato de fenilo y fenol (concentración de carbamato de fenilo: aproximadamente 30% en peso) por la línea 2 a una tasa de aproximadamente 2,7 kg/h.

10 La solución de reacción recuperada en el tanque de almacenamiento 105 se analizó mediante cromatografía líquida y RMN-¹H. Como resultado, se encontró que la solución de reacción era una solución que contenía fenil-éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico y que el rendimiento de fenil-éster de ácido 3-(fenoxicarbonilaminometil)-3,5,5-trimetilciclohexil-carbámico era de aproximadamente 91% respecto a la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina.

15 Además, a partir de los resultados anteriormente indicados del Ejemplo de referencia 2, se supuso que se generaba un compuesto que presentaba un enlace urea (temperatura de disociación térmica del enlace urea: 206°C) en la producción de un éster de ácido carbámico N-sustituido en la presente etapa. En el presente ejemplo, en el 15° plato para suministrar la solución mixta de carbamato de fenilo y fenol, el compuesto que presentaba el enlace urea se hizo reaccionar con urea bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea (230°C), generando un éster de ácido carbámico N-sustituido. De esta manera, se consideró que el éster de ácido carbámico N-sustituido podía obtenerse con un rendimiento elevado.

Descripción de números de referencia

25 (Figura 1) 100, 101, 104, 105: tanque de almacenamiento; 102: columna de destilación de tipo platos; 103: condensador; 106: rehervidor; 107; separador gas-líquido; 1, 2, 3, 4, 5, 6: línea.

(Figura 2) 201, 203, 207, 209: tanque de almacenamiento; 202: aparato de destilación de película delgada; 204: columna de destilación; 205: condensador; 206: separador gas-líquido; 208: rehervidor; 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26: línea.

30 (Figura 3) 300, 301, 304, 305: tanque de almacenamiento; 302: columna de destilación de tipo platos; 303: condensador; 306: rehervidor; 307; separador gas-líquido; 31, 32, 33, 34, 35, 36: línea.

(Figura 4) 400, 401, 404, 405: tanque de almacenamiento; 402: columna de destilación de tipo platos; 403: condensador; 406: rehervidor; 407; separador gas-líquido; 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48: línea.

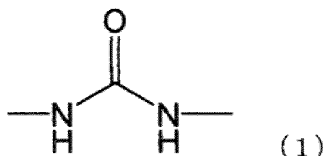
(Figura 5) 500, 501, 504, 505: tanque de almacenamiento; 502: columna de destilación de tipo platos; 503: condensador; 506: rehervidor; 507; separador gas-líquido; 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57: línea.

35 (Figura 6) 600, 601, 602, 604, 606: tanque de almacenamiento; 603: tanque de agitación; 605: separador gas-líquido; 607: condensador; 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66: línea (Figura 7) 701, 704, 705: tanque de almacenamiento; 702: columna empacitada; 703: condensador; 706: rehervidor; 707: separador gas-líquido; 71, 72, 73, 74: línea.

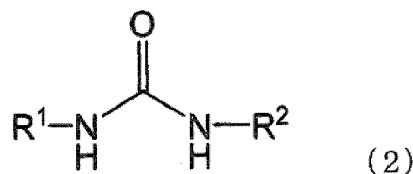
40

REIVINDICACIONES

1. Método para producir un compuesto carbonilo, que comprende una etapa (X) de hacer reaccionar un compuesto que presenta un enlace urea representado mediante la fórmula (1) tal como se muestra a continuación, con un de ácido carbónico a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea representado mediante la fórmula (1) con el fin de obtener el compuesto carbonilo:



- en el que el compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1) es: (i) un compuesto representado mediante la fórmula (2) tal como se muestra a continuación, que se produce a partir de ingredientes de materia prima que comprenden una amina primaria orgánica y un derivado de ácido carbónico:



en la que:

R¹ y R², cada uno independientemente, representan un grupo orgánico que comprende un grupo derivado de la amina primaria orgánica, o

(ii) un copolímero de poliuretano-urea,

en el que el derivado de ácido carbónico es urea, un éster de ácido carbámico N-no sustituido o un éster de ácido carbónico, y

en el que el compuesto carbonilo es un éster de ácido carbámico N-sustituido,

en el que la etapa (X) se lleva a cabo en coexistencia de un compuesto hidroxilo,

en el que la etapa (X) se lleva a cabo en una columna de destilación que comprende un puerto de suministro A, un puerto de suministro B y un puerto de descarga C,

la etapa (X) comprende las etapas de:

suministrar ingredientes de materia prima que contienen el compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1), o ingredientes de materia prima que contienen un precursor del compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1), a la columna de destilación mediante por lo menos un puerto de suministro A,

suministrar el derivado de ácido carbónico a la columna de destilación mediante por lo menos un puerto de suministro B, y

recuperar una mezcla generada que comprende un compuesto carbonilo mediante por lo menos un puerto de descarga C dispuesto en una parte inferior de la columna de destilación, y

el por lo menos un puerto de suministro B está dispuesto en una posición igual o inferior a la del puerto de suministro A,

el por lo menos un puerto de suministro C está dispuesto en una posición igual o inferior a la del puerto de suministro B, y

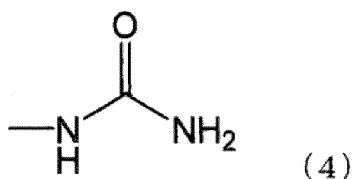
una temperatura de la columna de destilación a una altura del puerto de suministro B igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea en el compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1):

en la que los ingredientes de materia prima que deben suministrarse mediante el puerto de suministro A se indican mediante una combinación (i) o (ii) indicada posteriormente, y

la mezcla que debe recuperarse mediante el puerto de descarga C comprende un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilo:

combinación (i): una amina primaria orgánica, urea y un compuesto hidroxilo, o

combinación (ii): un compuesto hidroxilo y un compuesto que presenta un grupo ureido representado por la fórmula (4) a continuación:



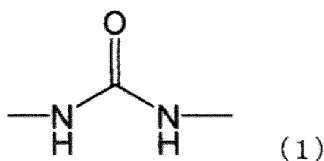
o en la que:

5 los ingredientes de materia prima que deben suministrarse mediante el puerto de suministro A se indican mediante la combinación (iii): una amina primaria orgánica, un éster de ácido carbónico y un compuesto hidroxilo, y
10 la mezcla que debe recuperarse mediante el puerto de descarga C comprende un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilo,

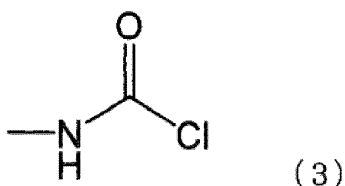
o en la que:

15 los ingredientes de materia prima que deben suministrarse por el puerto de suministro A son una combinación (iv): un copolímero de poliuretano-urea y un compuesto hidroxilo, y
la mezcla que debe recuperarse mediante el puerto de descarga C comprende un éster de ácido carbámico N-sustituido y un compuesto hidroxilo.

2. Método para producir un compuesto carbonilo, que comprende una etapa (X) de hacer reaccionar un compuesto que presenta un enlace urea representado mediante la fórmula (1) tal como se muestra a continuación con un derivado de ácido carbónico que presenta un grupo carbonilo (-C(=O)-) bajo calentamiento a una temperatura igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea representado mediante la fórmula (1) con el fin de obtener el compuesto carbonilo:



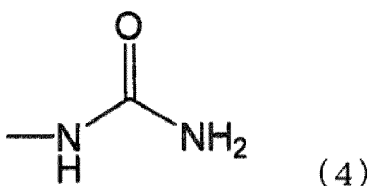
25 en el que el compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1) es un compuesto producido a partir de una amina primaria orgánica y un fosgeno,
en el que el derivado de ácido carbónico es un fosgeno, y
30 en el que el compuesto carbonilo es un compuesto que presenta un grupo representado mediante la fórmula (3) a continuación:



35 en el que la etapa (X) se lleva a cabo en coexistencia de un compuesto hidroxilo,
en el que la etapa (X) se lleva a cabo en una columna de destilación que comprende un puerto de suministro A, un puerto de suministro B y un puerto de descarga C,
la etapa (X) comprende las etapas de:
suministrar ingredientes de materia prima que contienen el compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1), o ingredientes de materia prima que contienen un precursor del compuesto que presenta el enlace urea representado por la fórmula (1), a la columna de destilación mediante por lo menos un puerto de suministro A,
40 suministrar el derivado de ácido carbónico a la columna de destilación mediante por lo menos un puerto de suministro B, y
recuperar una mezcla generada que comprende un compuesto carbonilo mediante por lo menos un puerto de descarga C dispuesto en una parte inferior de la columna de destilación, y
45 el por lo menos un puerto de suministro B está dispuesto en una posición igual o inferior a la del puerto de suministro A,
el por lo menos un puerto de suministro C está dispuesto en una posición igual o inferior a la del puerto de suministro B, y

una temperatura de la columna de destilación a una altura del puerto de suministro B igual o superior a la temperatura de disociación térmica del enlace urea en el compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1):

- 5 3. Método para producir un isocianato, que comprende la etapa de someter un compuesto carbonilo obtenido mediante el método de producción según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, a una reacción pirolítica para producir el isocianato.
- 10 4. Método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que se suministra adicionalmente un compuesto hidroxilo a la columna de destilación por el puerto de suministro B.
- 15 5. Método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 o 4, en el que:
la columna de destilación comprende una pluralidad de puertos de suministro B, y se suministra una mezcla de un derivado de ácido carbónico y un compuesto hidroxilo a la columna de destilación mediante la pluralidad de puertos de suministro B.
- 20 6. Método para producir el compuesto carbonilo según la reivindicación 1, en el que:
la columna de destilación comprende además un condensador, el método comprende además una etapa de condensación de una porción de gas descargada del tope de la columna de destilación utilizando el condensador para obtener un condensado, un compuesto hidroxilo se suministra adicionalmente a la columna de destilación mediante el puerto de suministro A y/o el puerto de suministro B,
25 el derivado de ácido carbónico que debe suministrarse mediante el puerto de suministro B es urea y/o un éster de ácido carbámico N-no sustituido, el gas descargado desde el tope de la columna de destilación comprende un compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado del derivado de ácido carbónico y/o un compuesto que presenta un grupo carbonilo derivado del compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1), un compuesto hidroxilo y amonio, y el condensado comprende un compuesto que presenta un grupo carbonilo y un compuesto hidroxilo.
- 30 7. Método para producir el compuesto carbonilo según la reivindicación 6, en el que una parte de un condensado entero se hace circular dentro de la columna de destilación.
- 35 8. Método para producir el compuesto carbonilo según la reivindicación 6, en el que una parte o el condensado completo se suministra a la columna de destilación mediante el puerto de suministro B.
- 40 9. Método para producir el compuesto carbonilo según la reivindicación 6, en el que una parte o el condensado completo se recicla como ingrediente de materia prima para producir un compuesto que presenta un grupo ureido representado por la fórmula (4) a continuación:



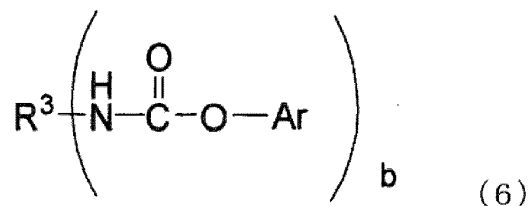
- 45 10. Método para producir el compuesto carbonilo según la reivindicación 6, que comprende además la etapa de hacer reaccionar el amonio comprendido en el gas descargado desde el tope de la columna de destilación con dióxido de carbono para producir urea, reciclando la urea.
- 50 11. Método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que la amina primaria orgánica es un compuesto representado mediante la fórmula (5) a continuación:



en la que:

- 55 R^3 representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono, y 'a' es un número entero entre 1 y 10.
- 60 12. Método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 4 a 6, en el que: el compuesto hidroxilo es un compuesto hidroxilo aromático, y

el compuesto carbonilo comprende un O-aril-éster de ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (6) a continuación:



5

en la que:

R³ representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono,

10 Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxil aromático, que es un residuo obtenido mediante la eliminación de un grupo hidroxil del compuesto hidroxil aromático, y

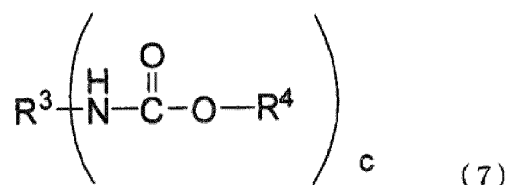
'b' representa un número entero entre 1 y 10.

13. Método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 4 a 6, en el que:

15

el compuesto hidroxil es alcohol, y

el compuesto carbonilo comprende un O-alkil-éster de ácido carbámico N-sustituido representado por la fórmula (7) a continuación:



20

en la que:

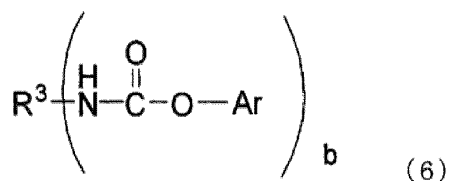
R³ representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono,

R⁴ representa un grupo derivado de alcohol, que es un residuo obtenido mediante la eliminación de un grupo hidroxil del alcohol, y

25 'c' representa un número entero entre 1 y 10.

14. Método para producir el compuesto carbonilo según la reivindicación 13, que comprende además una etapa de hacer reaccionar el O-alkil éster de ácido carbámico N-sustituido con un compuesto hidroxil aromático con el fin de obtener un O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido representado mediante la fórmula (6) a continuación, y alcohol:

30



35

en la que:

R³ representa un grupo orgánico que contiene 1 a 85 átomos de carbono,

Ar representa un grupo derivado de un compuesto hidroxil aromático, que es un residuo obtenido mediante la eliminación de un grupo hidroxil del compuesto hidroxil aromático, y

40 'b' representa un número entero entre 1 y 10.

40

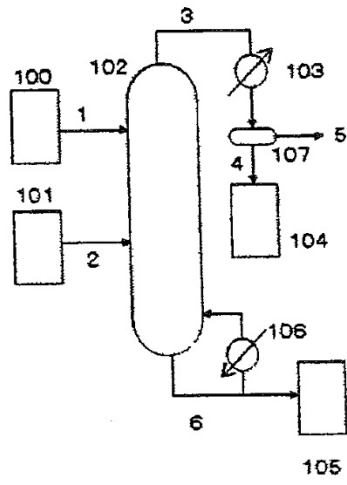
15. Método para producir un isocianato, que comprende una etapa de someter un O-aril éster de ácido carbámico N-sustituido obtenido mediante el método de producción según la reivindicación 12 o según la reivindicación 14, a una reacción pirolítica con el fin de obtener un producto que comprende un isocianato y un compuesto hidroxil aromático.

45

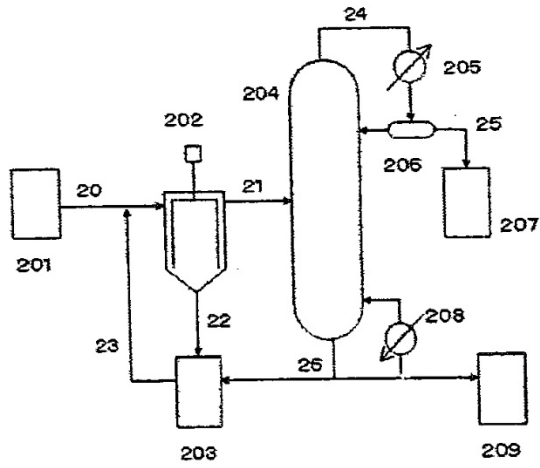
16. Método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 4 a 6, en el que el compuesto hidroxil es alcohol obtenido mediante el método de producción según la reivindicación 14.

17. Método para producir el compuesto carbonilo según cualquiera de las reivindicaciones 1, 4 a 6 y 14, en el que el compuesto hidroxilo o el compuesto hidroxilo aromático es un compuesto hidroxilo aromático obtenido mediante el método de producción según la reivindicación 15.
- 5 18. Método para producir un isocianato según la reivindicación 15, que comprende además una etapa de separación del producto obtenido mediante la reacción pirolítica en un ingrediente en fase gaseosa y un ingrediente en fase líquida, seguido de la recuperación de un ingrediente de una parte o la totalidad de un ingrediente en fase líquida, en el que el ingrediente en fase líquida contiene un compuesto que presenta un enlace urea.
- 10 19. Método para producir el compuesto carbonilo según la reivindicación 1, en el que el compuesto que presenta el enlace urea representado mediante la fórmula (1) es un compuesto que presenta un enlace urea comprendido en el ingrediente en fase líquida obtenido mediante el método de producción según la reivindicación 18.
- 15

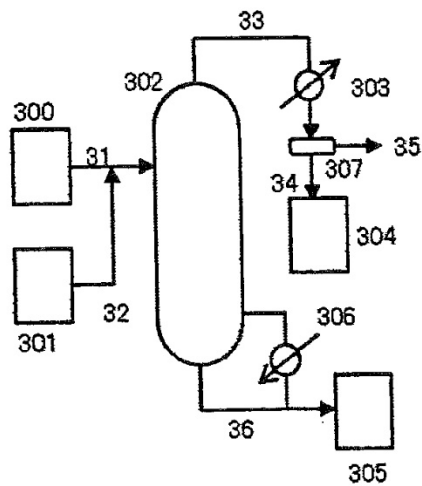
[Figura 1]



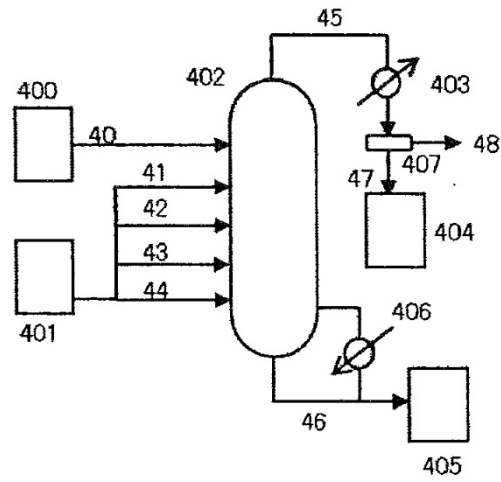
[Figura 2]



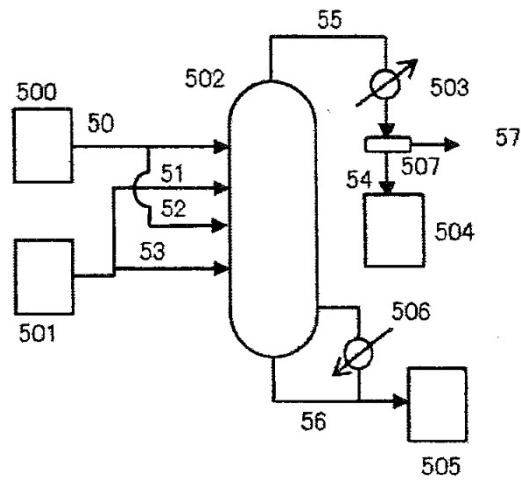
[Figura 3]



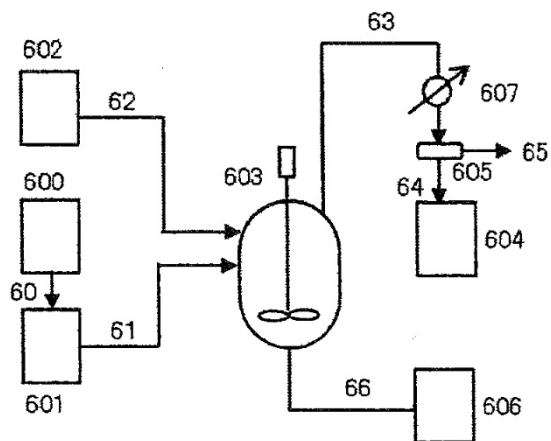
[Figura 4]



[Figura 5]



[Figura 6]



[Figura 7]

