(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 740 780**

(51) Int. Cl.:

C07C 263/10 (2006.01)
C07C 265/12 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.11.2015** **PCT/JP2015/083356**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **23.06.2016** **WO16098561**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.11.2015** **E 15869769 (8)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.06.2019** **EP 3235807**

(54) Título: **Método de producción de un compuesto de isocianato**

(30) Prioridad:

17.12.2014 JP 2014254824
08.01.2015 JP 2015002061

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.02.2020

(73) Titular/es:

SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED (100.0%)
27-1, Shinkawa 2-chome, Chuo-ku
Tokyo 104-8260, JP

(72) Inventor/es:

YOSHIMOTO, YUYA y
HIROTA, MASAJI

(74) Agente/Representante:

RIZZO , Sergio

ES 2 740 780 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

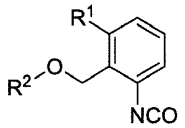
Método de producción de un compuesto de isocianato

CAMPO TÉCNICO

[0001] La presente invención se refiere a un método de producción de un compuesto de isocianato.

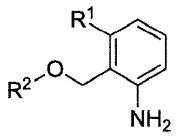
TÉCNICA ANTERIOR

[0002] Un compuesto representado por la fórmula (2)



(2)

[en el que R^1 representa un grupo metilo, un grupo ciclopropilo, un átomo de cloro, un átomo de bromo, un grupo etilo o un grupo metoxi; y R^2 representa un grupo alquilo que contiene de 1 a 6 átomos de carbono], (en lo sucesivo denominado «compuesto (2)») resulta de utilidad como intermediario para un agroquímico (véase el documento WO 2013/162072), y puede producirse haciendo reaccionar un compuesto representado por la fórmula (1)



(1)

[en el que R^1 y R^2 son tal y como se ha definido anteriormente] (en lo sucesivo denominado «compuesto» (1)), que es un compuesto de anilina que se corresponde con el compuesto (2), con un compuesto de fosgeno. Más en concreto, el 3-metil-2-metoximetil-1-isocianatobenceno puede fabricarse mediante la agitación de 3-metil-2-metoximetil-1-aminobenceno, trifosgeno, bicarbonato sódico acuoso saturado y acetato de etilo juntos bajo enfriamiento con hielo, como se describe en el ejemplo de producción de referencia 18 en el documento WO 2013/162072.

SUMARIO DE LA INVENCIÓN

[0003] No obstante, el método dado a conocer en el documento WO 2013/162072 no es un método de producción a escala industrial satisfactorio en lo que respecta al rendimiento. La presente invención proporciona un método de producción de un compuesto de isocianato como 3-metil-2-metoximetil-1-isocianatobenceno con un mayor rendimiento.

[0004] Según la presente invención, el compuesto (2) puede producirse haciendo reaccionar el compuesto (1) con un compuesto de fosgeno a una temperatura entre 10 °C y 14 °C en presencia de una amina terciaria en al menos un tipo de disolvente seleccionado de entre el grupo que consiste en clorobenceno y ortodiclorobenceno.

MODO DE LLEVAR A CABO LA INVENCIÓN

[0005] Entre los ejemplos específicos del grupo alquilo que contiene de 1 a 6 átomos de carbono mencionado como R^2 se incluye un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo isopropilo, un grupo butilo, un grupo *sec*-butilo, un grupo *terc*-butilo, un grupo pentilo y un grupo hexilo. El grupo alquilo es preferiblemente un grupo metilo o un grupo etilo.

[0006] El compuesto (2) puede producirse haciendo reaccionar el compuesto (1) con un compuesto de fosgeno entre 10 °C y 14 °C en presencia de una amina terciaria en al menos un tipo de disolvente seleccionado de entre el grupo que consiste en clorobenceno y ortodiclorobenceno.

[0007] El disolvente que se va a usar en la reacción es clorobenceno, ortodiclorobenceno o una mezcla de estos, y es preferiblemente clorobenceno. La cantidad de disolvente que se va a usar es por lo general entre 3 y 20 veces el peso del compuesto (1).

[0008] El compuesto de fosgeno que se va a usar en la reacción es fosgeno, difosgeno (cloroformato de triclorometilo) o trifosgeno [carbonato de bis(triclorometilo)] y es preferiblemente trifosgeno.

[0009] El difosgeno y el trifosgeno se descomponen en sistemas de reacción para convertirse en dos equivalentes de fosgeno y tres equivalentes de fosgeno, respectivamente. La cantidad del compuesto de fosgeno que se va a usar es por lo general de 0,95 a 1,5 equivalentes, preferiblemente de 1,0 a 1,3 equivalentes, con respecto a 1 equivalente de compuesto (1).

[0010] Entre los ejemplos específicos de la amina terciaria que se va a usar en la reacción se incluye trietilamina, diisopropiletilamina, N-metilmorfolina, N-metilpiperidina y 1,8-diazabiciclo [5.4.0]undec-7-eno. La amina terciaria es preferiblemente una trialquilamina como trietilamina y diisopropiletilamina, y más preferiblemente es trietilamina. La cantidad de amina terciaria que se va a usar es por lo general entre 1,8 y 2,5 equivalentes, preferiblemente entre 2,0 y 2,2 equivalentes, con respecto a 1 equivalente del compuesto de fosgeno.

[0011] La temperatura de reacción es entre 10 °C y 14 °C como se ha mencionado anteriormente.

[0012] El orden de mezcla del compuesto (1), el compuesto de fosgeno y la amina terciaria es preferiblemente el siguiente: el compuesto (1) se añade al disolvente y al compuesto de fosgeno, y después se añade la amina terciaria a la mezcla resultante. Desde el punto de vista del rendimiento, se prefiere añadir gota a gota cada uno de los compuestos en partes. El tiempo de la adición gota a gota de cada uno de los compuestos es por lo general de entre 30 minutos y 24 horas. Es preferible que el compuesto (1) se añada gota a gota a lo largo de entre 2 y 24 horas y que la amina terciaria se añada gota a gota a lo largo de entre 4 y 24 horas.

[0013] Tras la finalización de la adición gota a gota de cada uno de los compuestos, la solución se agita por lo general a una temperatura de entre 10 °C y 14 °C entre 0,1 y 6 horas.

[0014] Tras la finalización de la reacción, el compuesto (2) puede aislarse llevando a cabo un procedimiento posterior al tratamiento, como por ejemplo filtración, de la mezcla de reacción. El compuesto (2) puede purificarse por medio de un procedimiento como destilación y cromatografía.

EJEMPLOS

Ejemplo 1

[0015] Se disolvió trifosgeno (31,4 g) en clorobenceno (200 g) en atmósfera de nitrógeno, y después la solución resultante se enfrió a 12 °C. Se añadió 3-metil-2-metoximetilanilina (40,0 g) a la solución gota a gota a lo largo de 3 horas a la misma temperatura. Tras la finalización de la adición gota a gota, la solución se agitó adicionalmente durante 1,5 horas a la misma temperatura. Se añadió una mezcla de trietilamina (64,2 g) y clorobenceno (40 g) gota a gota a la mezcla resultante a lo largo de 5 horas, y la solución resultante se agitó adicionalmente durante 3 horas para causar la precipitación de cristales. Se filtraron los cristales y se analizó un filtrado mediante cromatografía líquida. En consecuencia, se descubrió que 3-metil-2-metoximetil-1-isocianatobenceno (45,7 g) estaba contenido en el filtrado (rendimiento: 97,4 %).

Ejemplo 2

[0016] Se disolvió trifosgeno (31,4 g) en clorobenceno (200 g) en atmósfera de nitrógeno, y después la solución resultante se enfrió a 10 °C. Se añadió 3-metil-2-metoximetilanilina (40,0 g) a la solución gota a gota a lo largo de 3 horas a la misma temperatura. Tras la finalización de la adición gota a gota, la solución se agitó adicionalmente durante 1,5 horas a la misma temperatura. Se añadió una mezcla de trietilamina (64,2 g) y clorobenceno (40 g) a la mezcla resultante gota a gota a lo largo de 5 horas, y la solución resultante se agitó adicionalmente durante 3 horas para causar la precipitación de cristales. Se filtraron los cristales y se analizó un filtrado mediante cromatografía líquida. En consecuencia, se descubrió que 3-metil-2-metoximetil-1-isocianatobenceno (44,6 g) estaba contenido en el filtrado (rendimiento: 95,0 %).

Ejemplo 3

[0017] Se disolvió trifosgeno (31,4 g) en clorobenceno (200 g) en atmósfera de nitrógeno, y después la solución resultante se enfrió a 14 °C. Se añadió 3-metil-2-metoximetilanilina (40,0 g) a la solución gota a gota a lo largo de 3 horas a la misma temperatura. Tras la finalización de la adición gota a gota, la solución se agitó adicionalmente durante 1,5 horas a la misma temperatura. Se añadió una mezcla de trietilamina (64,2 g) y clorobenceno (40 g) a la mezcla resultante gota a gota a lo largo de 5 horas, y la solución resultante se agitó adicionalmente durante 3 horas para causar la precipitación de cristales. Se filtraron los cristales y se analizó un filtrado mediante

cromatografía líquida. En consecuencia, se descubrió que 3-metil-2-metoximetil-1-isocianatobenceno (45,0 g) estaba contenido en el filtrado (rendimiento: 95,9 %).

Ejemplos de referencia

[0018] Se disolvió trifosgeno (31,4 g) en clorobenceno (200 g) en atmósfera de nitrógeno, y después 3-metil-2-metoximetilanilina (40,0 g) se añadió a la solución gota a gota a cada una de las temperaturas mostradas en la tabla a continuación a lo largo de 2 a 3 horas. Tras la finalización de la adición gota a gota, la solución se agitó adicionalmente durante 2 horas a la misma temperatura. Se añadió una mezcla de trietilamina (64,2 g) y clorobenceno (40 g) a la mezcla resultante gota a gota a lo largo de 4 a 6 horas, y la solución resultante se agitó adicionalmente durante 3 horas para causar la precipitación de cristales. Se filtraron los cristales y se analizó un filtrado mediante cromatografía líquida. En consecuencia, se descubrió que se produjo 3-metil-2-metoximetil-1-isocianatobenceno con cada uno de los rendimientos mostrados en la Tabla 1.

[Tabla 1]

	Ejemplo de referencia 1	Ejemplo de referencia 2	Ejemplo de referencia 3	Ejemplo de referencia 4
Temperatura de reacción	0 - 3 °C	5 - 8 °C	25 - 28 °C	15 - 17 °C
Rendimiento	66,6 %	89,4 %	26,8 %	85,9 %

Ejemplo 4

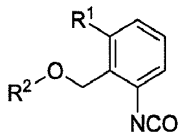
[0019] Se enfrió clorobenceno (254,64 g) a 12 °C en atmósfera de nitrógeno. La adición gota a gota de 3-metil-2-metoximetilanilina (52,44 g) y la gasificación con un gas de fosgeno (46,31 g) se llevaron a cabo simultáneamente a lo largo de 3 horas a la misma temperatura. Tras la finalización de la adición gota a gota y la gasificación, la solución resultante se agitó adicionalmente a la misma temperatura durante 1,5 horas. Se añadió una mezcla de trietilamina (94,75 g) y clorobenceno (52,44 g) a la mezcla resultante gota a gota a lo largo de 5 horas, y la solución resultante se agitó adicionalmente durante 3 horas para causar la precipitación de cristales. Se filtraron los cristales y se analizó un filtrado mediante cromatografía líquida. En consecuencia, se descubrió que 3-metil-2-metoximetil-1-isocianatobenceno (57,9 g) estaba contenido en el filtrado (rendimiento: 94,2 %).

APLICABILIDAD INDUSTRIAL

[0020] De acuerdo con la presente invención, es posible producir un compuesto de isocianato con un rendimiento satisfactorio a nivel industrial.

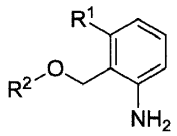
REIVINDICACIONES

1. Método de producción de un compuesto de isocianato representado por la fórmula (2)



(2)

[en el que R^1 representa un grupo metilo, un grupo ciclopropilo, un átomo de cloro, un átomo de bromo, un grupo etilo o un grupo metoxi; y R^2 representa un grupo alquilo que contiene de 1 a 6 átomos de carbono], que comprende la reacción de un compuesto representado por la fórmula (1)



(1)

[en el que R^1 y R^2 son tal y como se ha definido anteriormente] con un compuesto de fosgeno a una temperatura entre 10 °C y 14 °C en presencia de una amina terciaria en al menos un tipo de disolvente seleccionado de entre el grupo que consiste en clorobenceno y ortodiclorobenceno.

2. Método de producción según la reivindicación 1, en el que R^1 representa un grupo metilo y R^2 representa un grupo metilo.

3. Método de producción según la reivindicación 1 o 2, en el que el compuesto de fosgeno es trifosgeno.

4. Método de fabricación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la amina terciaria es trietilamina.

5. Método de fabricación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el disolvente es clorobenceno.