



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 367 797**

51 Int. Cl.:

C07C 68/04 (2006.01)

C07C 68/06 (2006.01)

C07C 69/96 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04746852 .5**

96 Fecha de presentación : **25.06.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1640357**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **29.03.2006**

54 Título: **Método para producir un carbonato aromático.**

30 Prioridad: **27.06.2003 JP 2003-185077**
27.06.2003 JP 2003-185078

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
08.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
08.11.2011

73 Titular/es:
ASAHI KASEI CHEMICALS CORPORATION
1-2, Yuraku-cho 1-chome
Chiyoda-ku, Tokyo 100-8440, JP

72 Inventor/es: **Miyake, Nobuhisa;**
Watanabe, Tomonari;
Onishi, Kazuhiro y
Sato, Akihiro,

74 Agente: **Durán Moya, Carlos**

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 para producir un carbonato aromático

5 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Sector de la invención

10 La presente invención se refiere a un método para producir un carbonato aromático. Más particularmente, la presente invención se refiere a un método para producir un carbonato aromático, que comprende: (1) realizar una reacción entre un compuesto organometálico y dióxido de carbono para obtener una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo formado mediante la reacción, (2) separar el carbonato de dialquilo de la mezcla de reacción para obtener un líquido residual, y realizar las siguientes etapas (3) y (4) en cualquier orden, o de forma parcial o completamente simultánea: (3) hacer reaccionar al líquido residual con un alcohol para formar, como mínimo, un compuesto organometálico y formar agua y eliminar el agua del compuesto organometálico, y (4) hacer reaccionar al carbonato de dialquilo separado en la etapa (2) con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático.

20 El método de la presente invención es ventajoso no solamente en que el método no requiere ninguna sustancia tóxica y está libre de la generación de cualquier sustancia corrosiva, sino también en que las cantidades de subproductos son muy pequeñas y los productos intermedios generados durante la producción del carbonato aromático deseado pueden reciclarse. Por lo tanto, el método de la presente invención es favorable desde el punto de vista de la protección del medioambiente, y permite una producción sencilla y eficaz de un carbonato aromático de gran pureza.

25 Técnica anterior

Un carbonato aromático se utiliza ampliamente como fuente de carbonilo, tal como materia prima para producir un policarbonato, un isocianato y un producto farmacéutico, y se ha deseado desarrollar un método para producir un carbonato aromático a un bajo coste.

Como métodos para producir un policarbonato aromático a escala comercial, pueden mencionarse los siguientes métodos (i) y (ii):

35 (i) un método de polimerización interfacial (método en el que se polimerizan fosgeno y un bisfenol en la interfaz entre una fase de diclorometano y una fase acuosa en presencia de un aceptor de cloro apropiado); y

(ii) un método de fusión (método en el que carbonato de difenilo y un bisfenol se polimerizan mediante una reacción de transesterificación/desfenolación).

40 El método mencionado anteriormente (i) (es decir, el método de polimerización interfacial) utiliza diclorometano, mientras que el método mencionado anteriormente (ii) (es decir, el método de fusión) no utiliza diclorometano. Recientemente, ha surgido el problema de la contaminación de agua debido a un haluro de alquilo y, por lo tanto, el método de fusión que no utiliza diclorometano ha estado atrayendo la atención.

45 Como métodos bien conocidos para producir un carbonato aromático (por ejemplo, carbonato de difenilo) utilizado como una materia prima en el método de fusión mencionado anteriormente, pueden mencionarse los siguientes cinco métodos 1) a 5):

50 1) un método para producir un carbonato aromático utilizando fosgeno como fuente de carbonilo (véase, por ejemplo, el documento de patente 1 más adelante);

2) un método para producir un carbonato aromático utilizando monóxido de carbono como fuente de carbonilo;

55 3) un método para producir un carbonato aromático a partir de un oxalato de diarilo;

4) un método para producir un carbonato aromático utilizando urea (o un derivado de la misma) como fuente de carbonilo; y

60 5) un método para producir un carbonato aromático utilizando dióxido de carbono como fuente de carbonilo.

Con respecto al método 1), más adelante se da una explicación. Los ejemplos de modos específicos del método 1) incluyen un modo en solución acuosa en el que se introduce fosgeno en una solución acuosa de un fenóxido metálico; un modo de interfaz en el que la producción de un carbonato aromático se realiza en un sistema de dos fases que comprende una fase de disolvente orgánico y una fase acuosa; y un modo en fase gaseosa en el que se hace reaccionar fenol con fosgeno en una fase gaseosa. Mediante cada uno de estos modos, puede producirse

fácilmente un carbonato aromático. Sin embargo, dado que el método 1) emplea fosgeno que es extremadamente tóxico y altamente corrosivo, el método 1) es desventajoso en que el transporte y almacenamiento de fosgeno requiere un gran cuidado, y el mantenimiento del equipo de producción es costoso, mantenimiento que es indispensable para garantizar la seguridad. Además, en el método 1), se subproduce en gran cantidad ácido clorhídrico que es altamente corrosivo, causando de este modo dificultades en la eliminación de residuos y similares. Además, dado que el carbonato aromático (por ejemplo, carbonato de difenilo) obtenido mediante el método 1) contiene inevitablemente un compuesto que contiene cloro como impureza, el método 1) también plantea el siguiente grave problema. Cuando dicho carbonato aromático que contiene un compuesto que contiene cloro se utiliza para producir un policarbonato mediante el método de fusión, el compuesto que contiene cloro, incluso aunque la cantidad del mismo en el carbonato aromático sea muy pequeña, causa la desactivación de un catalizador utilizado para producir un policarbonato y la decoloración del policarbonato producido. Para eliminar el compuesto que contiene cloro que está contenido en el carbonato aromático en una cantidad muy pequeña (generalmente, unas pocas ppm en peso, en base al peso del carbonato aromático), una etapa de purificación adicional se vuelve necesaria (véase, por ejemplo, el documento de patente 2 más adelante).

Tal como se ha visto a partir de lo anterior, el método 1) tiene una serie de graves problemas, tales como la utilización de una sustancia tóxica como materia prima, la subproducción de un compuesto corrosivo, y la impureza (tal como un compuesto que contiene cloro) contenida en el carbonato aromático producido.

Con respecto al método 2), más adelante se da una explicación. El método 2) es un método de carbonilación oxidativa en el que un carbonato aromático (por ejemplo, carbonato de difenilo) se produce a partir de oxígeno y un compuesto hidroxiaromático, utilizando monóxido de carbono como fuente de carbonilo. El monóxido de carbono utilizado en el método 2) es extremadamente tóxico. Por lo tanto, el transporte y manejo de monóxido de carbono requieren un gran cuidado, y el mantenimiento del equipo de producción es costoso, mantenimiento que es indispensable para garantizar la seguridad en la producción del carbonato aromático. Además, el método 2) emplea cloro o un compuesto que contiene cloro como parte de un catalizador o como co-catalizador. Por lo tanto, tal como en el caso del método 1) mencionado anteriormente que utiliza fosgeno, el carbonato aromático producido mediante el método 2) contiene inevitablemente un compuesto que contiene cloro como impureza. Además, el método 2) emplea, como catalizador, paladio que es caro y difícil de recuperar. Por lo tanto, el método 2) se vuelve inevitablemente un método extremadamente caro y complicado.

Por lo tanto, el método 2) tiene también una serie de graves problemas, tales como la utilización de un compuesto tóxico como materia prima, la corrosión causada por el cloro, las impurezas que contienen cloro contenidas en el carbonato aromático producido, y un alto coste de producción.

Como método convencional similar al método 2), puede mencionarse un método en el que se obtiene carbonato de dimetilo a partir de monóxido de carbono, oxígeno y metanol mediante una reacción de carbonilación oxidativa, y el carbonato de dimetilo obtenido se hace reaccionar con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático. Sin embargo, este método también plantea un problema en que se utiliza una gran cantidad de un compuesto que contiene cloro en la reacción de carbonilación oxidativa, de modo que el compuesto que contiene cloro está contenido en el carbonato de dimetilo producido mediante la reacción de carbonilación oxidativa o corroe el equipo de producción utilizado en este método (véase, por ejemplo, el documento de patente 3 más adelante).

Con respecto al método 3), más adelante se da una explicación. El método 3) es un método en el que se produce un oxalato de diarilo a partir de monóxido de carbono como materia prima, y el oxalato de diarilo producido se somete a una reacción de descarbonilación para producir un carbonato de diarilo (por ejemplo, carbonato de difenilo). El carbonato de diarilo producido mediante el método 3) contiene una gran cantidad de impurezas, tales como un compuesto de tipo furano y un compuesto que contiene cloro derivado de una materia prima. Por lo tanto, si el carbonato de diarilo producido se utiliza como tal sin purificación para producir un policarbonato, el policarbonato producido se decolora inevitablemente para asumir un color amarillo. Para obviar dicho problema, es necesario realizar una serie de etapas adicionales para eliminar impurezas del carbonato de diarilo para obtener un carbonato de diarilo purificado (véase, por ejemplo, el documento de patente 4 más adelante).

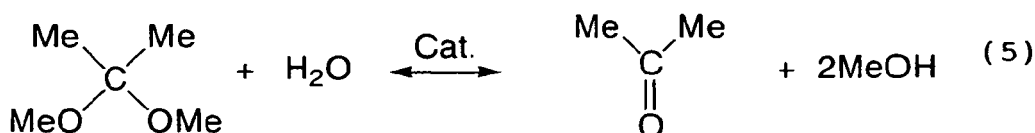
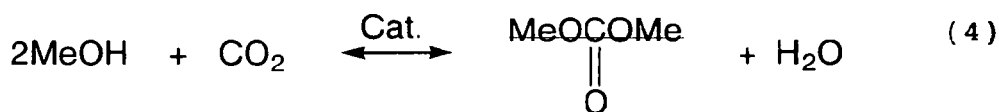
Con respecto al método 4), más adelante se da una explicación. El método 4) es un método en el que urea como fuente de carbonato se hace reaccionar con un alcohol para obtener un carbonato de dialquilo, y el carbonato de dialquilo obtenido se hace reaccionar con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático (por ejemplo, carbonato de difenilo). Cuando se compara con los métodos 1) a 3) mencionados anteriormente, el método 4) mejora en que la urea utilizada como materia prima no tiene sustancialmente toxicidad. Sin embargo, en la reacción para producir el carbonato de dialquilo a partir de urea y un alcohol, se subproduce inevitablemente un éster alofánico, rebajando de este modo la selectividad por el carbonato de dialquilo. Por lo tanto, la producción del carbonato aromático (por ejemplo, carbonato de difenilo) mediante el método 4) inevitablemente se vuelve costosa. Además, un carbamato de alquilo generado como producto intermedio y el carbonato de dialquilo juntos forman una mezcla azeotrópica y, por lo tanto, el aislamiento del carbonato de dialquilo es muy difícil. Para obtener un carbonato de dialquilo puro que no contiene carbamato de alquilo, es necesaria una etapa adicional que implica operaciones pesadas (véase, por ejemplo, el documento de patente 5 más adelante). Además, un aparato para la eliminación de subproductos, tales como el éster alofánico mencionado anteriormente, también es necesario. Por lo tanto, la

producción del carbonato aromático mediante el método 4) se vuelve inevitablemente complicada.

Con respecto al método 5), más adelante se da una explicación. El método 5) es un método en el que dióxido de carbono como fuente de carbonilo se hace reaccionar con óxido de etileno o similares para obtener un carbonato cíclico, el carbonato cíclico obtenido se hace reaccionar con un alcohol para obtener un carbonato de dialquilo, y el carbonato de dialquilo obtenido se hace reaccionar con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático (véase, por ejemplo, el documento de patente 6). Este método es ventajoso en que se utiliza dióxido de carbono, que no tiene sustancialmente toxicidad y es económico, como materia prima. Sin embargo, en el método 5), se coproduce etilenglicol con un carbonato de diarilo (por ejemplo, carbonato de difenilo), y es muy difícil regenerar óxido de etileno a partir de etilenglicol. Por lo tanto, es necesario producir el óxido de etileno mencionado anteriormente, utilizado como materia prima, por separado de las reacciones mencionadas anteriormente implicadas en el método 5).

Por lo tanto, el método 5) tiene problemas, por ejemplo, en que es necesaria la producción de óxido de etileno como materia prima, y el etilenglicol coproducido con el carbonato de diarilo no puede reciclarse en la producción del carbonato aromático.

Como método similar al método 5) mencionado anteriormente en el que dióxido de carbono como fuente de carbonilo se hace reaccionar con óxido de etileno para obtener un carbonato cíclico, el carbonato cíclico obtenido se hace reaccionar con un alcohol para obtener un carbonato de dialquilo, y el carbonato de dialquilo obtenido se hace reaccionar con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático, se conoce un método en el que un carbonato de dialquilo se produce directamente a partir de dióxido de carbono y un alcohol sin producción de un carbonato cíclico como producto intermedio (véase los documentos de patente 7, 8 y 9 más adelante). Cuando el alcohol utilizado en este método se produce utilizando acetal como agente deshidratante orgánico, el agua formada en la reacción de dióxido de carbono con un alcohol para producir un carbonato de dialquilo se consume en la reacción para producir alcohol, promoviendo de este modo la reacción mencionada anteriormente para producir un carbonato de dialquilo. Más adelante se da una explicación más específica, en referencia a las fórmulas (4) y (5) más adelante (en las que Me representa un grupo metilo, que es un ejemplo representativo de un grupo alquilo) que representan reacciones implicadas en el método mencionado anteriormente. El agua subproducida en la reacción en equilibrio representada mediante la fórmula (4) más adelante (es decir, reacción para producir un carbonato de alquilo) se utiliza en la reacción en equilibrio representada mediante la fórmula (5) (es decir, reacción para producir un alcohol). Por lo tanto, la cantidad de agua subproducida en la reacción para producir un carbonato de alquilo se reduce, desplazando de este modo el equilibrio de la fórmula (4) en la dirección de la formación del producto deseado. Por lo tanto, un carbonato de dialquilo (es decir, carbonato de dimetilo) puede obtenerse a partir de dióxido de carbono y un alcohol (es decir, metanol). Sin embargo, en el método que implica las reacciones de las fórmulas (4) y (5), se consume acetal en una cantidad equimolar al carbonato de dialquilo producido y, por lo tanto, se coproduce acetona (obtenida de acetal) con un carbonato de dialquilo. Es difícil convertir la acetona coproducida en acetal, dado que la reacción que convierte acetona en acetal (agente deshidratante orgánico) es una reacción deshidratante que es difícil de realizar. Por lo tanto, la utilización de una gran cantidad de acetal como materia prima es necesaria, y la eficiencia energética es mala. Por esta razón, el método mencionado anteriormente no se ha comercializado.



Incluso cuando se utiliza un agente deshidratante inorgánico en lugar de un agente deshidratante orgánico (tal como acetal), surgen los mismos problemas que se han mencionado anteriormente, es decir, problemas de que un compuesto inorgánico utilizado como agente deshidratante absorbe agua, y requiere una gran cantidad de energía para deshidratar el compuesto inorgánico con agua absorbida para regenerar un compuesto inorgánico utilizable como agente deshidratante, de modo que no puede producirse un carbonato de dialquilo a un bajo coste. Por lo tanto, el método que utiliza un agente deshidratante inorgánico tampoco se ha comercializado.

Tal como se ha mencionado anteriormente, se han propuesto una serie de métodos para producir un carbonato

aromático; sin embargo, estos métodos tienen diversos problemas, tales como la utilización de una sustancia tóxica como materia prima; la corrosión del equipo de producción debida a un compuesto que contiene cloro; la pesada operación para la eliminación de un subproducto (tal como un compuesto que contiene cloro); y la dificultad en (o imposibilidad de) la conversión de un coproducto en una materia prima. Incluso cuando se utiliza dióxido de carbono (que no tiene sustancialmente toxicidad y no contiene compuesto de cloro) como fuente de carbonilo, sigue habiendo problemas, tales como las generaciones de un coproducto y un subproducto derivados de un agente deshidratante utilizado, y la necesidad de regeneración o eliminación de un agente deshidratante.

Por lo tanto, se ha deseado desarrollar un método para producir un carbonato aromático, que sea ventajoso no solamente en que el método no necesita la utilización de ninguna sustancia tóxica y esté libre de la generación de cualquier sustancia corrosiva, sino también en que las cantidades de coproductos y subproductos sean muy pequeñas, de modo que el método sea favorable desde el punto de vista de la protección del medioambiente, y permita una producción sencilla y eficaz de un carbonato aromático de gran pureza.

Documento de patente 1: Patente japonesa No. 3071008

Documento de patente 2: Memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 8-198816

Documento de patente 3: Memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 7-145109

Documento de patente 4: Memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. 2002-47251

Documento de patente 5: Memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. 2000-1461

Documento de patente 6: Memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 9-40616

Documento de patente 7: Memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. 2001-247519

Documento de patente 8: Patente alemana No. 4310109

Documento de patente 9: Memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. 2001-31629

CARACTERÍSTICAS DE LA INVENCION

En esta situación, los inventores de la presente invención han realizado exhaustivos e intensivos estudios con la intención de solucionar los problemas mencionados anteriormente que acompañan a la técnica anterior. En sus estudios, los inventores de la presente invención utilizaron las técnicas de sus anteriores invenciones de los documentos WO 03/055840 y WO 04/014840, cada una de las cuales se refiere a un método para producir de forma continua un carbonato de dialquilo, método que comprende hacer reaccionar a un compuesto organometálico, dióxido de carbono, y opcionalmente un alcohol entre sí para obtener una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo, separar el carbonato de dialquilo de la mezcla de reacción para obtener un líquido residual; regenerar el compuesto organometálico a partir del líquido residual, y reciclar el compuesto organometálico regenerado. Como resultado, los inventores de la presente invención tuvieron éxito en mejorar las anteriores invenciones mencionadas anteriormente y llegaron a la presente invención. Es decir, se ha descubierto que todos los problemas que acompañan a la técnica anterior pueden resolverse mediante un método que comprende: (1) realizar una reacción entre un compuesto organometálico y dióxido de carbono para obtener una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo formado mediante la reacción, (2) separar el carbonato de dialquilo de la mezcla de reacción para obtener un líquido residual, y realizar las siguientes etapas (3) y (4) en cualquier orden, o de forma parcial o completamente simultánea: (3) hacer reaccionar al líquido residual con un alcohol para formar, como mínimo, un compuesto organometálico y formar agua y eliminar el agua del compuesto organometálico, y (4) hacer reaccionar al carbonato de dialquilo separado en la etapa (2) con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático. Específicamente, el método de la presente invención es ventajoso no solamente en que el método no necesita la utilización de ninguna sustancia tóxica y está libre de la generación de cualquier sustancia corrosiva, sino también en que las cantidades de subproductos son muy pequeñas y los productos intermedios generados durante la producción del carbonato aromático deseado pueden reciclarse, de modo que el método de la presente invención es favorable desde el punto de vista de la protección del medioambiente, y permite una producción sencilla y eficaz de un carbonato aromático de gran pureza. En base a este descubrimiento, se ha completado la presente invención.

Más específicamente, en el método de la presente invención, los productos intermedios generados durante la producción del carbonato aromático deseado pueden reciclarse, y solamente se obtienen un carbonato aromático y agua como productos a partir de dióxido de carbono y un compuesto hidroxiaromático como materias primas, en el que no son necesarias sustancialmente materias primas diferentes de dióxido de carbono y el compuesto hidroxiaromático. Por lo tanto, el método de la presente invención ha resuelto todos los problemas que acompañan a la técnica anterior, tales como la utilización de una sustancia tóxica como materia prima, la corrosión del equipo de producción debida a un compuesto que contiene cloro, la generación de subproductos y productos intermedios que son difíciles de separar, la producción de coproductos, y el compuesto que contiene cloro contenido en el carbonato aromático producido.

Por consiguiente, es un objetivo de la presente invención dar a conocer un método para producir un carbonato aromático, que es ventajoso no solamente en que el método no necesita la utilización de ninguna sustancia tóxica y está libre de la generación de cualquier sustancia corrosiva, sino también en que las cantidades de subproductos son muy pequeñas y los productos intermedios generados durante la producción del carbonato aromático deseado pueden reciclarse, de modo que el método sea favorable desde el punto de vista de la protección del medioambiente, y permita una producción sencilla y eficaz de un carbonato aromático de gran pureza.

El anterior y otros objetivos, características y ventajas de la presente invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada tomada en relación con los dibujos adjuntos y las reivindicaciones adjuntas.

DESCRIPCIÓN BREVE DE LOS DIBUJOS

En los dibujos:

La figura 1 es un diagrama de flujo que muestra un ejemplo del método de la presente invención para producir un carbonato aromático;

La figura 2 es un diagrama de flujo que muestra un ejemplo del método de la presente invención para producir un carbonato de diarilo;

La figura 3 es un diagrama de flujo que muestra ejemplos de etapas implicadas en el método de la presente invención, es decir, la etapa (3) del método de la presente invención, la etapa de producir un dialcóxido de dibutilestaño, la etapa de producir un dialcóxido de dioctilestaño, y la etapa de separar agua de un alcohol mediante destilación;

La figura 4 es un diagrama de flujo que muestra un ejemplo específico de la etapa (2) del método de la presente invención;

La figura 5 es un diagrama de flujo que muestra un ejemplo específico de la etapa (4) del método de la presente invención;

La figura 6 es un diagrama de flujo que muestra un ejemplo específico de la etapa (5) del método de la presente invención;

La figura 7 es un diagrama de flujo que muestra un ejemplo específico de la etapa de reciclar un alcohol, que se realiza en el método de la presente invención;

La figura 8 es un diagrama de flujo que muestra un ejemplo específico de la etapa de purificar un carbonato de diarilo, que se realiza en el método de la presente invención;

La figura 9 es un diagrama de flujo que muestra otro ejemplo específico de la etapa de purificar un carbonato de diarilo, que se realiza en el método de la presente invención;

La figura 10 es un diagrama de flujo que muestra un ejemplo específico de la etapa de separar un alcohol de un carbonato de dialquilo, que se realiza en el método de la presente invención;

La figura 11 es un diagrama de flujo que muestra un ejemplo específico de la etapa de purificar un carbonato de dialquilo, que se realiza en el método de la presente invención; y

La figura 12 es un diagrama de flujo que muestra un ejemplo específico de la etapa de reciclar un carbonato de dialquilo, que se realiza en el método de la presente invención.

Descripción de los números de referencia

-1-: recipiente de reacción

5 -2-, -3-, -4-, -5-, -8-, -10-, -12-, -15-, -17-, -20-, -21-, -24-, -26-, -31-, -33-, -34-, -35-, -37-, -40-, -44-, -46-, -48-, -51-, -55-, -57-, -59-, -62-, -66-, -68-, -70-, -73-, -77-, -79-, -81-, -84-, -88-, -90-, -92-, -95-, -99-, -101-, -103-, -106-, -110-, -112-, -114-, -117-, -121-, -123-, -128-, -132-, -133-, -134-, -136-: conducto

10 -6-, -18-, -28-, -41-, -52-, -63-, -74-, -85-, -96-, -107-, -118-: condensador

-7-, -9-, -16-, -19-, -23-, -29-, -32-, -47-, -58-, -69-, -80-, -91-, -102-, -113-, -124-, -125-, -126-, -127-, -131-, -135-, -137-, -138-, -139-, -140-: depósito

-11-: aparato para eliminar un alcohol

15 -13-, -38-, -49-, -60-, -71-, -82-, -93-, -104-, -115-: precalentador

-14-, -39-, -50-, -61-, -72-, -83-, -94-, -105-, -116-: columna de destilación continua de fases múltiples

20 -22-, -45-, -56-, -67-, -78-, -89-, -100-, -111-, -122-: hervidor

-25-: recipiente para eliminar dióxido de carbono

-27-: columna de destilación de fases múltiples

25 -42-, -53-, -64-, -75-, -86-, -97-, -108-, -119-, -129-: aparato de separación de vapor-líquido

-30-: aparato de destilación en película fina

30 -36-, -43-, -54-, -65-, -76-, -87-, -98-, -109-, -120-, -130-: válvula de ajuste de la presión

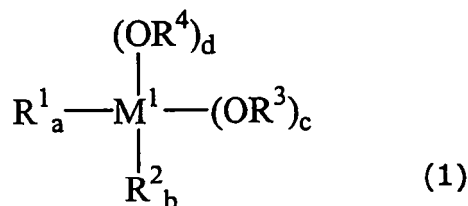
DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Según la presente invención, se da a conocer

35 1. Un método para producir un carbonato aromático, que comprende:

(1) realizar una reacción entre un compuesto organometálico y dióxido de carbono para obtener una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo formado mediante la reacción,

40 en el que dicho compuesto organometálico tiene un enlace metal-oxígeno-carbono y comprende, como mínimo, un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende:



un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (1):

45 en la que:

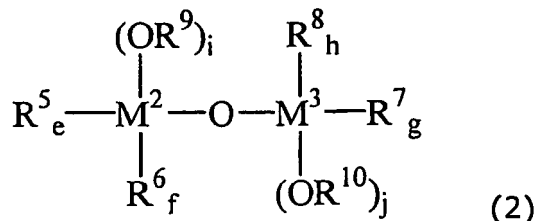
M¹ representa un átomo metálico seleccionado entre el grupo que comprende elementos que pertenecen a los Grupos 4 y 14 de la tabla periódica, excepto el silicio;

50 cada uno de R¹ y R² representa independientemente un grupo alquilo C₁-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo C₅-C₁₂, un grupo alqueno C₂-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un grupo aralquilo C₇-C₂₀ que comprende arilo C₆-C₁₉ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo C₁-C₁₄ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo C₅-C₁₄, o un grupo arilo C₆-C₂₀ sin sustituir o sustituido;

55 cada uno de R³ y R⁴ representa independientemente un grupo alquilo C₁-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo C₅-C₁₂, un grupo alqueno C₂-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, o un grupo aralquilo C₇-C₂₀ que comprende arilo C₆-C₁₉ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo

C₁-C₁₄ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo C₅-C₁₄; y

cada uno de a y b es un número entero de 0 a 2, a + b = 0 a 2, cada uno de c y d es un número entero de 0 a 4, y a + b + c + d = 4; y



un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (2):

en la que:

cada uno de M² y M³ representa independientemente un átomo metálico seleccionado entre el grupo que comprende elementos que pertenecen a los Grupos 4 y 14 de la tabla periódica, excepto el silicio;

cada uno de R⁵, R⁶, R⁷ y R⁸ representa independientemente un grupo alquilo C₁-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo C₅-C₁₂, un grupo alqueno C₂-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un grupo aralquilo C₇-C₂₀ que comprende arilo C₆-C₁₉ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo C₁-C₁₄ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo C₅-C₁₄, o un grupo arilo C₆-C₂₀ sin sustituir o sustituido;

cada uno de R⁹ y R¹⁰ representa independientemente un grupo alquilo C₁-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo C₅-C₁₂, un grupo alqueno C₂-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, o un grupo aralquilo C₇-C₂₀ que comprende arilo C₆-C₁₉ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo C₁-C₁₄ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo C₅-C₁₄; y

cada uno de e, f, g y h es un número entero de 0 a 2, e + f = 0 a 2, g + h = 0 a 2, cada uno de i y j es un número entero de 1 a 3, e + f + i = 3, y g + h + j = 3.

(2) separar dicho carbonato de dialquilo de dicha mezcla de reacción para obtener un líquido residual, y

realizar las siguientes etapas (3) y (4) en cualquier orden, o de forma parcial o completamente simultánea:

(3) hacer reaccionar a dicho líquido residual con un alcohol para formar, como mínimo, un compuesto organometálico y formar agua y eliminar dicha agua de dicho compuesto organometálico, y

(4) hacer reaccionar a dicho carbonato de dialquilo separado en la etapa (2) con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático.

2. El método, según el punto 1, en el que dicho carbonato aromático obtenido en la etapa (4) es, como mínimo, un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un carbonato de alquilarilo y un carbonato de diarilo.

3. El método, según el punto 1 ó 2, en el que, en la etapa (3), dicho compuesto organometálico que tiene dicha agua eliminada del mismo se recicla a la etapa (1).

4. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 3, en el que, en la etapa (4), un alcohol que se genera junto con dicho carbonato aromático se recicla a la etapa (3).

5. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 4, en el que un carbonato de dialquilo recuperado en la etapa (4) se recicla a la etapa (4).

6. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 5, en el que un ciclo de etapas (1) a (4) se repite, como mínimo, una vez.

7. El método, según cualquiera de los puntos 2 a 5, en el que dicho carbonato aromático obtenido en la etapa (4) es un carbonato de alquilarilo y que, después de la etapa (4), comprende además la siguiente etapa (5):

(5) someter a dicho carbonato de alquilarilo a una reacción de desproporción para obtener un carbonato de diarilo.

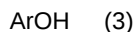
8. El método, según el punto 7, en el que, en la etapa (5), un carbonato de dialquilo que se genera junto con el carbonato de diarilo se recicla a la etapa (4).

9. El método, según el punto 7 u 8, en el que un ciclo de etapas (1) a (5) se repite, como mínimo, una vez.
- 5 10. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 9, en el que, en la etapa (1), dicho compuesto organometálico se utiliza en una cantidad que es de 1/200 a 1 vez la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad de dicho dióxido de carbono.
11. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 10, en el que la reacción en la etapa (1) se realiza a 20°C o más.
- 10 12. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 11, en el que dicha separación de dicho carbonato de dialquilo en la etapa (2) se realiza mediante, como mínimo, un método de separación seleccionado entre el grupo que comprende destilación, extracción y filtración.
- 15 13. El método, según el punto 12, en el que dicha separación de dicho carbonato de dialquilo en la etapa (2) se realiza mediante destilación.
14. El método, según el punto 13, en el que dicha separación de dicho carbonato de dialquilo en la etapa (2) se realiza mediante destilación en película fina.
- 20 15. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 14, en el que dicha eliminación de dicha agua en la etapa (3) se realiza mediante separación por membrana.
16. El método, según el punto 15, en el que dicha separación por membrana es pervaporación.
- 25 17. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 14, en el que dicha eliminación de dicha agua en la etapa (3) se realiza mediante destilación.
- 30 18. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 17, en el que dicho alcohol utilizado en la etapa (3) es, como mínimo, un alcohol seleccionado entre el grupo que comprende un alcohol alquílico que tiene un grupo alquilo C₁-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un alcohol cicloalquílico que tiene un grupo cicloalquilo C₅-C₁₂, un alcohol alquénico que tiene un grupo alquénico C₂-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, y un alcohol aralquílico que tiene un grupo aralquilo C₇-C₂₀ que comprende arilo C₆-C₁₉ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende un alquilo C₁-C₁₄ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo C₅-C₁₄.
- 35 19. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 18, en el que el alcohol utilizado en la etapa (3) tiene un punto de ebullición que es superior al punto de ebullición del agua.
- 40 20. El método, según el punto 19, en el que el alcohol utilizado en la etapa (3) es, como mínimo, un alcohol seleccionado entre el grupo que comprende 1-butanol, 2-metil-1-propanol, un alcohol alquílico que tiene un grupo alquilo C₅-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, y un alcohol alquénico que tiene un grupo alquénico C₄-C₁₂ de cadena lineal o ramificado.
- 45 21. El método, según el punto 19 ó 20, en el que el alcohol utilizado en la etapa (3) tiene un punto de ebullición que es inferior al del compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4).
- 50 22. El método, según el punto 1, en el que cada uno de R³ y R⁴ en la fórmula (1) y R⁹ y R¹⁰ en la fórmula (2) representa independientemente un grupo n-butilo, un grupo 2-metilpropilo, un grupo alquilo C₅-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, o un grupo alquénico C₄-C₁₂ de cadena lineal o ramificado.
- 55 23. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 22, en el que, en la etapa (1), dicho compuesto organometálico se utiliza, como mínimo, en una forma seleccionada entre el grupo que comprende una forma monomérica, una forma oligomérica, una forma polimérica y una forma asociada.
24. El método, según cualquiera de los puntos 1, 22 y 23, en el que cada uno de M¹ en la fórmula (1) y M² y M³ en la fórmula (2) representa un átomo de estaño.
25. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 24, en el que dicho compuesto organometálico utilizado en la etapa (1) se produce a partir de un óxido de organoestaño y un alcohol.
- 60 26. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 25, en el que la cantidad de dicho compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4) es de 0,1 a 10.000 veces la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad de dicho carbonato de dialquilo utilizado en la etapa (4).
- 65 27. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 26, en el que dicha reacción en la etapa (4) se realiza a una temperatura en el intervalo de 50 a 350°C.

28. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 27, en el que dicha reacción en la etapa (4) se realiza en presencia de un catalizador de la reacción de transesterificación.

29. El método, según cualquiera de los puntos 7 a 9, en el que dicha reacción en la etapa (5) se realiza en presencia de un catalizador de la reacción de desproporción.

30. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 29, en el que dicho compuesto hidroxiaromático se representa mediante la siguiente fórmula (3):



en la que Ar es un grupo aromático C₅-C₃₀.

31. El método, según el punto 30, en el que dicho compuesto hidroxiaromático representado mediante la fórmula (3) es fenol.

32. El método, según cualquiera de los puntos 1 a 31, en el que el contenido total de un compuesto hidroxiaromático y un compuesto que contiene un grupo ácido carboxílico en el alcohol utilizado en la etapa (3) es de 1.000 ppm o menos.

En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describe en detalle.

El método de la presente invención comprende las cuatro etapas siguientes (1) a (4):

(1) realizar una reacción entre el compuesto organometálico mencionado anteriormente y dióxido de carbono para obtener una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo formado mediante la reacción;

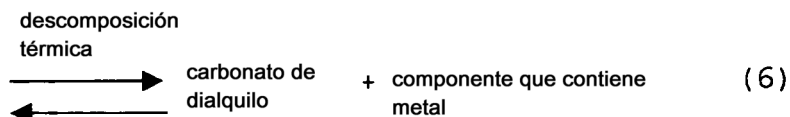
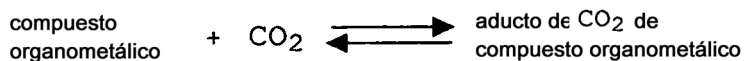
(2) separar el carbonato de dialquilo de la mezcla de reacción para obtener un líquido residual;

(3) hacer reaccionar al líquido residual con un alcohol para formar, como mínimo, un compuesto organometálico y formar agua y eliminar el agua del compuesto organometálico; y

(4) hacer reaccionar al carbonato de dialquilo separado en la etapa (2) con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático.

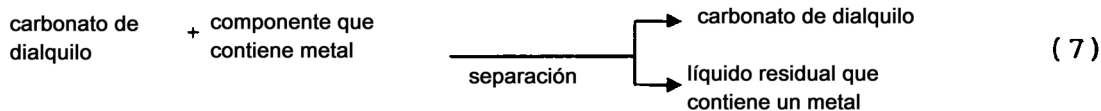
Con respecto a las etapas (3) y (4), estas etapas se realizan después de las etapas (1) y (2) que se realizan en este orden, en las que las etapas (3) y (4) pueden realizarse en cualquier orden, o de forma parcial o completamente simultánea. Además, las etapas (3) y (4) pueden realizarse en este o en otro orden y de forma parcialmente simultánea (por ejemplo, la etapa (4) puede iniciarse después de iniciar la etapa (3) y, a continuación, realizarse simultáneamente con la etapa (3)). Las etapas (3) y (4) se realizan utilizando diferentes aparatos, respectivamente.

Con respecto a cada una de las etapas (1) a (3), más adelante se explica un esbozo de las mismas. En la etapa (1), se realiza una reacción representada mediante la fórmula (6) más adelante.



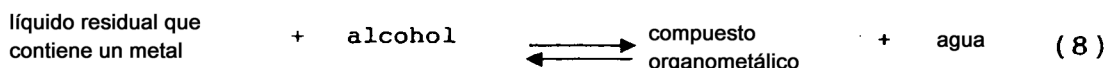
Es decir, en la etapa (1), se realiza una reacción entre el compuesto organometálico y dióxido de carbono para formar un aducto de CO₂ del compuesto organometálico, seguida de una reacción de descomposición térmica del aducto de CO₂, para obtener, de este modo, una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo. Esta mezcla de reacción contiene no solamente un carbonato de dialquilo sino también un componente o componentes que contienen metal formados a partir del compuesto organometálico.

En la etapa (2), se realiza una reacción y una posterior separación tal como se muestra en la fórmula (7) más adelante.



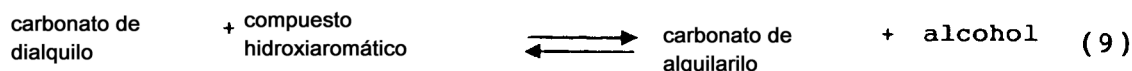
Es decir, a partir de la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1), el carbonato de dialquilo se separa para obtener, de este modo, un líquido residual que contiene el componente o componentes que contienen metal.

- 5 En la etapa (3), se realiza una reacción representada mediante la fórmula (8) más adelante (es decir, reacción en la que, como mínimo, un compuesto organometálico y agua se forman a partir del líquido residual (que contiene el componente o componentes que contienen metal) y un alcohol), y el agua se elimina del compuesto organometálico.

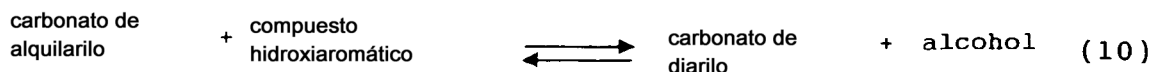


- 10 En la etapa (3), es preferente que el compuesto organometálico que tiene agua eliminada del mismo se recicle a la etapa (1).

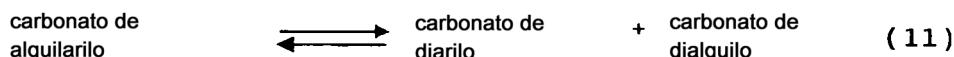
- 15 Con respecto a la etapa (4), más adelante se da una explicación. En la etapa (4), el carbonato de dialquilo separado en la etapa (2) se hace reaccionar con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático. En general, mediante la reacción de un carbonato de dialquilo con un compuesto hidroxiaromático, se generan un carbonato de alquilarilo y un alcohol (véase la fórmula (9) más adelante).



Por ejemplo, esta reacción puede realizarse utilizando un catalizador mientras se extrae el alcohol del sistema de reacción. El carbonato de alquilarilo reacciona con el compuesto hidroxiaromático para generar un carbonato de diarilo y un alcohol (véase la fórmula (10) más adelante).



- 20 El carbonato de alquilarilo también sufre una reacción de desproporción para formar un carbonato de diarilo y un carbonato de dialquilo (véase la fórmula (11) más adelante).



- 25 Por ejemplo, la reacción de desproporción del carbonato de alquilarilo puede realizarse utilizando un catalizador mientras se extrae el carbonato de dialquilo del sistema de reacción.

- 30 De este modo, en la etapa (4), controlando las condiciones de reacción, puede obtenerse un carbonato o carbonatos aromáticos deseados. Es decir, por ejemplo, es posible obtener, como carbonato aromático, principalmente un carbonato de alquilarilo. Como alternativa, también es posible obtener, como carbonato aromático, principalmente un carbonato de diarilo. Además, también es posible obtener, como carbonato aromático, una mezcla de un carbonato de alquilarilo y un carbonato de diarilo, en la que la diferencia entre la cantidad del carbonato de alquilarilo y la cantidad del carbonato de diarilo es relativamente pequeña.

- 35 Tal como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (4), mediante la reacción entre un carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxiaromático, se generan un carbonato de alquilarilo y un alcohol. Es preferente que el alcohol generado se recicle a la etapa (3).

- 40 Además, tal como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (4), es posible generar un carbonato de dialquilo mediante la reacción de desproporción mencionada anteriormente del carbonato de alquilarilo. Además, en la etapa (4), con respecto al carbonato de dialquilo (que se separa en la etapa (2)) utilizado para la reacción con un compuesto hidroxiaromático, una parte del mismo queda sin reaccionar. Es preferente que estos carbonatos de dialquilo (es decir, el carbonato de dialquilo generado mediante la reacción de desproporción y el carbonato de dialquilo que queda sin reaccionar) se reciclen a la etapa (4).

En el método de la presente invención, es preferente que un ciclo de etapas (1) a (4) se repita, como mínimo, una vez.

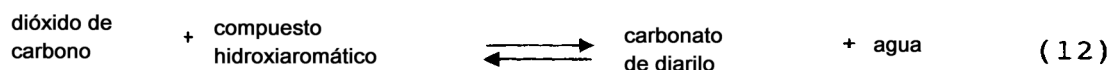
Es preferente que el carbonato aromático obtenido en la etapa (4) sea un carbonato de alquilarilo y que el método de la presente invención, después de la etapa (4), comprenda además la siguiente etapa (5):

(5) someter al carbonato de alquilarilo a una reacción de desproporción para obtener un carbonato de diarilo.

La reacción realizada en la etapa (5) es una reacción representada mediante la fórmula (11) anterior, concretamente, una reacción en la que se generan un carbonato de diarilo y un carbonato de dialquilo mediante la reacción de desproporción del carbonato de alquilarilo. Es preferente que el carbonato de dialquilo generado se recicle a la etapa (4).

Cuando el método de la presente invención comprende la etapa (5) así como las etapas (1) a (4), es preferente que un ciclo de etapas (1) a (5) se repita, como mínimo, una vez.

Por lo tanto, en un modo preferente del método de la presente invención, las etapas (1) a (4) se realizan mientras se recicla el compuesto organometálico (que se genera en la etapa (3)) y el alcohol (que se genera en la etapa (4)) a las etapas (1) y (3), respectivamente. En este modo preferente del método de la presente invención, solamente se obtienen un carbonato aromático y agua como productos a partir de dióxido de carbono y un compuesto hidroxiaromático como materias primas, en el que no se utilizan sustancialmente otras materias primas aparte de dióxido de carbono y el compuesto hidroxiaromático. Es decir, un esquema de reacción global de la producción de carbonato aromático mediante este modo preferente del método de la presente invención puede representarse mediante la fórmula (12) más adelante.



En lo sucesivo en el presente documento, se realiza la comparación entre el modo preferente mencionado anteriormente del método de la presente invención y métodos convencionales que, como en el método de la presente invención, utilizan dióxido de carbono como fuente de carbonilo.

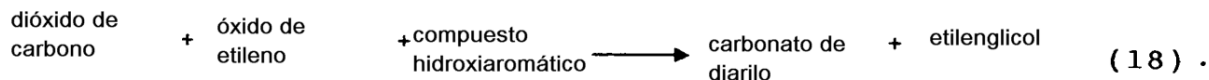
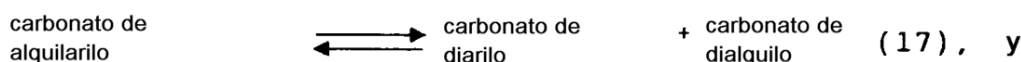
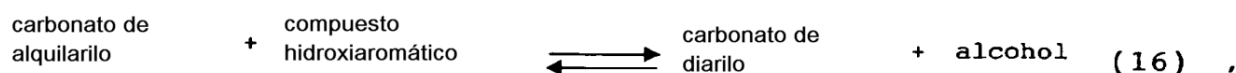
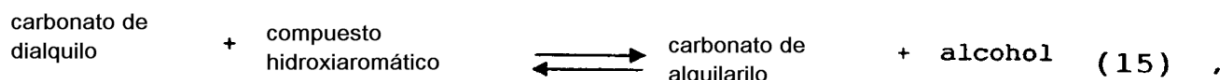
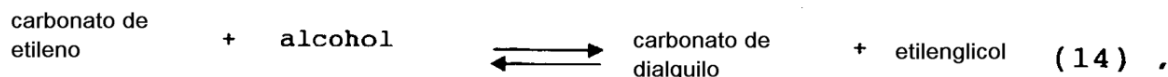
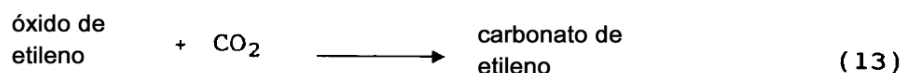
El modo preferente del método de la presente invención, que implica la reacción representada mediante la fórmula (12) anterior, es completamente diferente de cualquiera de los siguientes métodos convencionales (a), (b) y (c) que utilizan dióxido de carbono como fuente de carbonilo:

a) método para producir un carbonato aromático a partir de óxido de etileno o similares y dióxido de carbono mediante un carbonato cíclico generado como producto intermedio;

b) método para producir un carbonato de dialquilo, en el que se utiliza un agente deshidratante orgánico; y

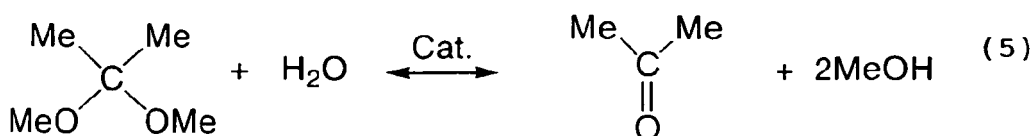
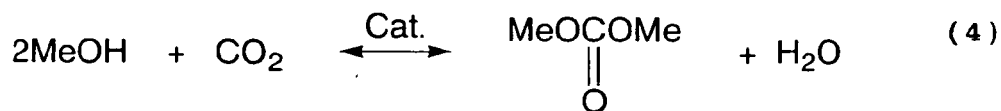
c) método para producir un carbonato de dialquilo, en el que se utiliza un agente deshidratante sólido (agente deshidratante inorgánico).

En primer lugar, se explica la diferencia entre el método a) y el modo preferente mencionado anteriormente del método de la presente invención. Se entiende que, en el método a), se produce un carbonato aromático mediante una secuencia de reacciones representadas mediante las fórmulas (13) a (17) más adelante (un esquema de reacción global de la producción de carbonato aromático que implica las reacciones de las fórmulas (13) a (17) puede representarse mediante la fórmula (18) más adelante).



En las reacciones de las fórmulas (15) y (16) anteriores, se producen alcoholes. Estos alcoholes se reciclan al sistema de reacción de la reacción de fórmula (14) para producir un carbonato de dialquilo a partir de carbonato de etileno y un alcohol. A este respecto, el método a) es diferente del modo preferente de la presente invención, en que el alcohol generado como producto intermedio se recicla para producir un compuesto organometálico. Además, el esquema de reacción global de la producción de carbonato aromático mediante el método a) se muestra en la fórmula (18) (es decir, esquema de reacción en el que se producen un carbonato aromático y etilenglicol a partir de dióxido de carbono, óxido de etileno y un compuesto hidroxiaromático), y este esquema de reacción es completamente diferente de la reacción de la fórmula (12) anterior, que se realiza en el modo preferente mencionado anteriormente del método de la presente invención. Por lo tanto, el método a) es completamente diferente del modo preferente del método de la presente invención.

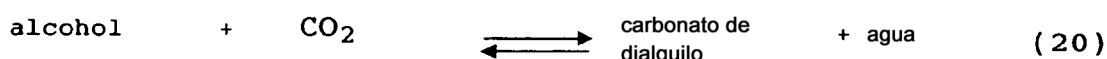
Con respecto al método b), éste es un método para producir un carbonato de dialquilo, no un carbonato aromático. Sin embargo, a título informativo, la diferencia entre el método b) y el modo preferente del método de la presente invención se explica más adelante. En el método b), se generan un carbonato de dialquilo y agua mediante una reacción en equilibrio representada mediante la fórmula (4) más adelante, y el agua generada se hace reaccionar con un agente deshidratante orgánico (es decir, acetal) (es decir, reacción de la fórmula (5)), de modo que el equilibrio de la reacción de la fórmula (4) se desplaza en la dirección de la formación del producto deseado, aumentando de este modo la cantidad del carbonato de dialquilo producido. Por lo tanto, se entiende que, en el método b), se produce un carbonato de dialquilo mediante una reacción representada mediante la fórmula (19) más adelante, en la que se coproduce acetona con un carbonato de dialquilo en la que la cantidad de la acetona es equimolar respecto al carbonato de dialquilo.



La reacción de la fórmula (19) es completamente diferente de la reacción de la fórmula (12) que se realiza en el modo preferente mencionado anteriormente del método de la presente invención. Por lo tanto, el método b) es completamente diferente del modo preferente del método de la presente invención.

Es concebible hacer reaccionar al carbonato de dialquilo obtenido mediante el método b) con un compuesto hidroxiaromático para producir un carbonato aromático y un alcohol. En tal caso, cuando se pretende reciclar el alcohol que se coproduce con el carbonato aromático, se supone que el alcohol se utiliza para la regeneración del agente deshidratante orgánico (es decir, acetal). También a este respecto, es evidente que el método b) es completamente diferente del modo preferente del método de la presente invención, en el que el alcohol generado como producto intermedio se recicla para la regeneración de un compuesto organometálico.

Con respecto a la diferencia entre el método c) (es decir, el método para producir un carbonato de dialquilo, en el que se utiliza un agente deshidratante sólido) y el modo preferente del método de la presente invención, más adelante se da una explicación. (Como en el caso del método b), el método c) también es un método para producir un carbonato de dialquilo, no un carbonato aromático. Sin embargo, a título informativo, más adelante se da la explicación del método c)). La reacción realizada en el método c) para producir un carbonato de dialquilo es una reacción en equilibrio representada mediante la siguiente fórmula (20).



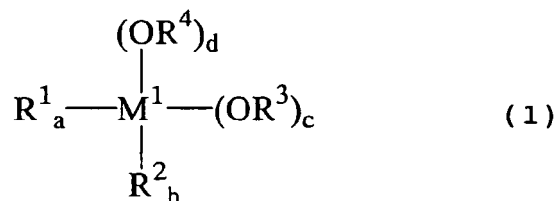
El agua producida mediante la reacción de la fórmula (20) puede hacerse reaccionar con un agente deshidratante sólido o adsorberse al mismo (agente deshidratante inorgánico), desplazando de este modo el equilibrio de la reacción de la fórmula (20) en la dirección de la formación del producto deseado, aumentando de este modo el rendimiento del carbonato de dialquilo. Sin embargo, la reacción de la fórmula (20) es completamente diferente de la reacción de la fórmula (12) que se realiza en el modo preferente mencionado anteriormente del método de la presente invención. Por lo tanto, el método c) es completamente diferente del modo preferente del método de la presente invención.

Es concebible hacer reaccionar al carbonato de dialquilo obtenido mediante el método c) con un compuesto hidroxiaromático para producir un carbonato aromático y un alcohol. En tal caso, cuando se pretende reciclar el alcohol que se coproduce con el carbonato aromático, se supone que el alcohol se utiliza como materia prima para producir el carbonato aromático mediante la reacción de la fórmula (20). También a este respecto, es evidente que el método c) es completamente diferente del modo preferente del método de la presente invención, en el que el alcohol generado como producto intermedio se recicla para la regeneración de un compuesto organometálico.

En lo sucesivo en el presente documento, se dan explicaciones con respecto a los compuestos utilizados en la presente invención.

El compuesto organometálico utilizado en la etapa (1) del método de la presente invención comprende, como mínimo, un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende:

un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (1):



en la que:

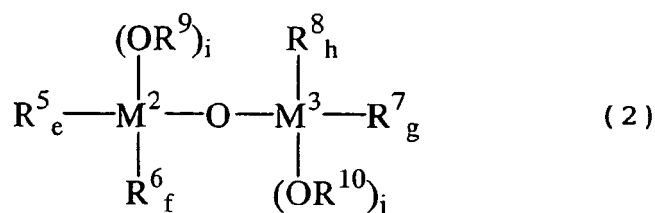
M^1 representa un átomo metálico seleccionado entre el grupo que comprende elementos que pertenecen a los Grupos 4 y 14 de la tabla periódica, excepto el silicio;

cada uno de R^1 y R^2 representa independientemente un grupo alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{12}$, un grupo alquenilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo aralquilo $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ que comprende arilo $\text{C}_6\text{-C}_{19}$ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{14}$ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{14}$, o un grupo arilo $\text{C}_6\text{-C}_{20}$ sin sustituir o sustituido;

cada uno de R^3 y R^4 representa independientemente un grupo alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{12}$, un grupo alquenilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, o un grupo aralquilo $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ que comprende arilo $\text{C}_6\text{-C}_{19}$ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{14}$ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{14}$; y

cada uno de a y b es un número entero de 0 a 2, $a + b = 0$ a 2, cada uno de c y d es un número entero de 0 a 4, y $a + b + c + d = 4$; y

un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (2):



en la que:

cada uno de M^2 y M^3 representa independientemente un átomo metálico seleccionado entre el grupo que comprende elementos que pertenecen a los Grupos 4 y 14 de la tabla periódica, excepto el silicio;

cada uno de R^5 , R^6 , R^7 y R^8 representa independientemente un grupo alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{12}$, un grupo alquenilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo aralquilo $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ que comprende arilo $\text{C}_6\text{-C}_{19}$ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{14}$ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{14}$, o un grupo arilo $\text{C}_6\text{-C}_{20}$ sin sustituir o sustituido;

cada uno de R^9 y R^{10} representa independientemente un grupo alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{12}$, un grupo alquenilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, o un grupo aralquilo $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ que comprende arilo $\text{C}_6\text{-C}_{19}$ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{14}$ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{14}$; y

cada uno de e, f, g y h es un número entero de 0 a 2, $e + f = 0$ a 2, $g + h = 0$ a 2, cada uno de i y j es un número entero de 1 a 3, $e + f + i = 3$, y $g + h + j = 3$.

La tabla periódica mencionada en el presente documento es como se recomienda en el sistema de nomenclatura de la IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry* [Unión Internacional de Química Pura y Aplicada]) (1989).

El compuesto organometálico mencionado anteriormente se utiliza, como mínimo, en una forma seleccionada entre el grupo que comprende una forma monomérica, una forma oligomérica, una forma polimérica y una forma asociada.

Tal como se ha mencionado anteriormente, cada uno de M^1 en la fórmula (1) y M^2 y M^3 en la fórmula (2) representa independientemente un átomo metálico seleccionado entre el grupo que comprende elementos que pertenecen a los Grupos 4 y 14 de la tabla periódica, excepto el silicio. Es preferente que cada uno de M^1 , M^2 y M^3 sea un átomo metálico seleccionado entre el grupo que comprende un átomo de titanio, un átomo de estaño, un átomo de níquel, un átomo de cobalto y un átomo de zirconio. Desde el punto de vista de la solubilidad en un alcohol y la reactividad con el mismo, es más preferente que cada uno de M^1 , M^2 y M^3 sea un metal seleccionado entre el grupo que comprende un átomo de titanio y un átomo de estaño, y es lo más preferente que cada uno de M^1 , M^2 y M^3 sea un átomo de estaño.

Los ejemplos de R^1 y R^2 en la fórmula (1) y R^5 , R^6 , R^7 y R^8 en la fórmula (2) incluyen grupos alquilo C_1 - C_{12} y grupos cicloalquilo C_5 - C_{12} , tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (y sus isómeros), un grupo butilo (y sus isómeros), un grupo pentilo (y sus isómeros), un grupo hexilo (y sus isómeros), un grupo heptilo (y sus isómeros), un grupo octilo (y sus isómeros), un grupo nonilo (y sus isómeros), un grupo butenilo (y sus isómeros), un grupo pentenilo (y sus isómeros), un grupo ciclobutilo, un grupo ciclopentilo, un grupo ciclopentadienilo y un grupo ciclohexenilo; grupos aralquilo C_7 - C_{20} , tales como un grupo bencilo y un grupo feniletilo; y grupos arilo C_6 - C_{20} , tales como un grupo fenilo, un grupo toloilo y un grupo naftilo. Cada uno de estos grupos hidrocarburo puede sustituirse con un grupo (tal como un grupo alcoxi, un grupo dialquilamino o un grupo alcocarbonilo) que no reacciona con dióxido de carbono o un alcohol. Además, cada uno de estos grupos hidrocarburo puede tener un enlace éter. Además, cada uno de estos grupos hidrocarburo puede ser un grupo hidrocarburo hidrogenado (es decir, un grupo hidrocarburo que tiene, como mínimo, uno de sus átomos de hidrógeno sustituido por un átomo de halógeno), tal como un grupo nonafluorobutilo o un grupo heptafluorobutilo (y sus isómeros). Sin embargo, R^1 , R^2 , R^5 , R^6 , R^7 y R^8 no están limitados a estos ejemplos. De los grupos mencionados anteriormente, son preferentes grupos alquilo inferiores, tales como grupos alquilo C_1 - C_8 y son más preferentes grupos alquilo C_1 - C_4 de cadena lineal o ramificados. También pueden utilizarse grupos hidrocarburo que tienen más átomos de carbono que los mencionados anteriormente como R^1 , R^2 , R^5 , R^6 , R^7 y R^8 , sin embargo, cuando se utilizan dichos grupos que tienen un mayor número de átomos de carbono, existe un riesgo de que la fluidez del compuesto organometálico y/o la productividad de un carbonato aromático se vuelva baja.

Los ejemplos de R^3 y R^4 en la fórmula (1) y R^9 y R^{10} en la fórmula (2) incluyen grupos alquilo C_1 - C_{12} y grupos cicloalquilo C_5 - C_{12} , tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (y sus isómeros), un grupo butilo (y sus isómeros), un grupo pentilo (y sus isómeros), un grupo hexilo (y sus isómeros), un grupo ciclopropilo, un grupo ciclobutilo, un grupo ciclopentilo, un grupo ciclopentadienilo, un grupo ciclohexilo, un grupo ciclohexenilo, un grupo metoxietilo y un grupo etoximetilo; y grupos aralquilo C_7 - C_{20} , tales como un grupo bencilo y un grupo feniletilo. De los grupos mencionados anteriormente, son preferentes los grupos alquilo inferiores.

Con respecto a los grupos alcoxi de los compuestos organometálicos representados mediante la fórmula (1) y (2) anteriores (es decir, $-OR^3$ y $-OR^4$ en la fórmula (1), y $-OR^9$ y $-OR^{10}$ en la fórmula (2)), es preferente que cada uno de los alcoholes correspondientes (es decir, R^3OH , R^4OH , R^9OH y $R^{10}OH$) tenga un punto de ebullición superior al del agua (en los que el punto de ebullición se mide a presión atmosférica), y que el resto alquilo o alquenilo de cada uno de los grupos alcoxi sea n-butilo, 2-metilpropilo, un alquilo C_5 - C_{12} de cadena lineal o ramificado o un alquenilo C_4 - C_{12} ramificado. Además, desde el punto de vista del reciclado del compuesto organometálico recuperado en la etapa (3) y de realizar eficazmente la reacción en la etapa (4), es más preferente que cada uno de los alcoholes correspondientes mencionados anteriormente tenga un punto de ebullición inferior al del compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4) (en el que el punto de ebullición se mide a presión atmosférica), y que el resto alquilo mencionado anteriormente del grupo alcoxi sea n-butilo, 2-metilpropilo o un alquilo C_5 - C_8 de cadena lineal o ramificado. Es lo más preferente que el resto alquilo mencionado anteriormente del grupo alcoxi no tenga ninguna estructura ramificada en el átomo de carbono α (es decir, átomo de carbono presente en el enlace metal-oxígeno-carbono del compuesto organometálico). Los ejemplos de dichos restos alquilo incluyen n-butilo, 2-metilpropilo y un alquilo C_5 - C_6 de cadena lineal o ramificado.

Los ejemplos de compuestos organometálicos representados mediante la fórmula (1) anterior incluyen compuestos de alcoxiestaño, compuestos de alcoxítanio y compuestos de alquilalcoxiestaño. Los ejemplos específicos de dichos compuestos organometálicos incluyen tetrametoxiestaño, tetraetoxiestaño, tetrapropiloxiestaño (y sus isómeros), tetrabutiloxiestaño (y sus isómeros), tetrapentiloxiestaño (y sus isómeros), tetrahexiloxiestaño (y sus isómeros), tetraheptiloxiestaño (y sus isómeros), tetraoctiloxiestaño (y sus isómeros), tetranoniloxiestaño (y sus isómeros), dimetoxidietoxiestaño, tetrametoxítanio, tetraetoxítanio, tetrapropiloxítanio, tetraisopropiloxítanio, tetrakis(2-etil-1-hexiloxi)titanio, tetrabenciloxiestaño, dietoxidipropiloxiestaño (y sus isómeros), dimetoxidihexiloxiestaño (y sus isómeros), dimetildimetoxiestaño, dimetildietoxiestaño, dimetildipropiloxiestaño (y sus isómeros), dimetildibutiloxiestaño (y sus isómeros), dimetildipentiloxiestaño (y sus isómeros), dimetildihexiloxiestaño (y sus isómeros), dimetildiheptiloxiestaño (y sus isómeros), dimetildiociloxiestaño (y sus isómeros), dimetildinoniloxiestaño (y sus isómeros), dimetildideciloxiestaño (y sus isómeros), dimetóxido de metilbutilestaño, dietóxido de metilbutilestaño, dipropóxido de metilbutilestaño (y sus isómeros), dibutóxido de metilbutilestaño (y sus isómeros), dipentilóxido de metilbutilestaño (y sus isómeros), dihexilóxido de metilbutilestaño (y sus isómeros), diheptilóxido de metilbutilestaño (y sus isómeros), dioctilóxido de metilbutilestaño (y sus isómeros), dimetóxido de etilbutilestaño, dietóxido de etilbutilestaño, dipropóxido de etilbutilestaño (y sus isómeros), dibutóxido de etilbutilestaño (y sus isómeros), dipentilóxido de etilbutilestaño (y sus isómeros), dihexilóxido de etilbutilestaño (y sus isómeros),

isómeros), diheptilóxido de etilbutilestaño (y sus isómeros), dioctilóxido de etilbutilestaño (y sus isómeros), dimetóxido de propilbutilestaño, dietóxido de propilbutilestaño, propóxido de propilbutilestaño (y sus isómeros), dibutóxido de propilbutilestaño (y sus isómeros), dipentilóxido de propilbutilestaño (y sus isómeros), dihexilóxido de propilbutilestaño (y sus isómeros), diheptilóxido de propilbutilestaño (y sus isómeros), dioctilóxido de propilbutilestaño (y sus isómeros), dimetóxido de dibutilestaño, dietóxido de dibutilestaño, dipropóxido de dibutilestaño (y sus isómeros), dibutóxido de dibutilestaño (y sus isómeros), dipentilóxido de dibutilestaño (y sus isómeros), dihexilóxido de dibutilestaño (y sus isómeros), diheptilóxido de dibutilestaño (y sus isómeros), dioctilóxido de dibutilestaño (y sus isómeros), dinonilóxido de dibutilestaño (y sus isómeros), didecilóxido de dibutilestaño (y sus isómeros), dibencilóxido de dibutilestaño, difeniletóxido de dibutilestaño, dimetóxido de difenilestaño, dietóxido de difenilestaño, dipropóxido de difenilestaño (y sus isómeros), dibutóxido de difenilestaño (y sus isómeros), dipentilóxido de difenilestaño (y sus isómeros), dihexilóxido de difenilestaño (y sus isómeros), diheptilóxido de difenilestaño (y sus isómeros), dioctilóxido de difenilestaño (y sus isómeros), dinonilóxido de difenilestaño (y sus isómeros), didecilóxido de difenilestaño (y sus isómeros), dibencilóxido de difenilestaño, difeniletóxido de difenilestaño, dimetóxido de bis(trifluorobutil)estaño, dietóxido de bis(trifluorobutil)estaño, dipropóxido de bis(trifluorobutil)estaño (y sus isómeros), dibutóxido de bis(trifluorobutil)estaño (y sus isómeros), dipentilóxido de bis(trifluorobutil)estaño (y sus isómeros), dihexilóxido de bis(trifluorobutil)estaño (y sus isómeros), diheptilóxido de bis(trifluorobutil)estaño (y sus isómeros), dioctilóxido de bis(trifluorobutil)estaño (y sus isómeros), dinonilóxido de bis(trifluorobutil)estaño (y sus isómeros), didecilóxido de bis(trifluorobutil)estaño (y sus isómeros), dibencilóxido de bis(trifluorobutil)estaño, difeniletóxido de bis(trifluorobutil)estaño, dimetóxido de bis(pentafluorobutil)estaño, dietóxido de bis(pentafluorobutil)estaño, dipropóxido de bis(pentafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dibutóxido de bis(pentafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dipentilóxido de bis(pentafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dihexilóxido de bis(pentafluorobutil)estaño (y sus isómeros), diheptilóxido de bis(pentafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dioctilóxido de bis(pentafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dinonilóxido de bis(pentafluorobutil)estaño (y sus isómeros), didecilóxido de bis(pentafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dibencilóxido de bis(pentafluorobutil)estaño, difeniletóxido de bis(pentafluorobutil)estaño, dimetóxido de bis(heptafluorobutil)estaño, dietóxido de bis(heptafluorobutil)estaño, dipropóxido de bis(heptafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dibutóxido de bis(heptafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dipentilóxido de bis(heptafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dihexilóxido de bis(heptafluorobutil)estaño (y sus isómeros), diheptilóxido de bis(heptafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dioctilóxido de bis(heptafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dinonilóxido de bis(heptafluorobutil)estaño (y sus isómeros), didecilóxido de bis(heptafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dibencilóxido de bis(heptafluorobutil)estaño, difeniletóxido de bis(heptafluorobutil)estaño, dimetóxido de bis(nonafluorobutil)estaño, dietóxido de bis(nonafluorobutil)estaño, dipropóxido de bis(nonafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dibutóxido de bis(nonafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dipentilóxido de bis(nonafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dihexilóxido de bis(nonafluorobutil)estaño (y sus isómeros), diheptilóxido de bis(nonafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dioctilóxido de bis(nonafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dinonilóxido de bis(nonafluorobutil)estaño (y sus isómeros), didecilóxido de bis(nonafluorobutil)estaño (y sus isómeros), dibencilóxido de bis(nonafluorobutil)estaño, y difeniletóxido de bis(nonafluorobutil)estaño.

Los ejemplos de compuestos organometálicos representados mediante la fórmula (2) anterior incluyen alcoxiestanoxanos y aralquiloxiestanoxanos. Los ejemplos específicos de dichos compuestos organometálicos incluyen

- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dimetoxidiestanoxano,
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dietoxidiestanoxano,
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipentiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dihexiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diheptiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dioctiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dinoniloxidiestanoxano (y sus isómeros),
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dideciloxidiestanoxano (y sus isómeros),
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibenciloxidiestanoxano,
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-difeniletoxidiestanoxano,

- 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-dimetoxidiestanoxano,
 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-dietoxidiestanoxano,
 5 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-dipropiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-dibutiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-dipentiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 10 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-dihexiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-diheptiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 15 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-dioctiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-dinoniloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-dideciloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 20 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-dibenciloxidiestanoxano,
 1,3-dibutil-1,3-dimetil-1,3-difeniletoxidiestanoxano,
 25 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-dimetoxidiestanoxano,
 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-dietoxidiestanoxano,
 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-dipropiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 30 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-dibutiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-dipentiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 35 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-dihexiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-diheptiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-dioctiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 40 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-dinoniloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-dideciloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 45 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-dibenciloxidiestanoxano,
 1,3-dibutil-1,3-dietil-1,3-difeniletoxidiestanoxano,
 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-dimetoxidiestanoxano,
 50 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-dietoxidiestanoxano,
 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-dipropiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 55 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-dibutiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-dipentiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-dihexiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 60 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-diheptiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-dioctiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 65 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-dinoniloxidiestanoxano (y sus isómeros),

- 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-dideciloxydiestanoxano (y sus isómeros),
 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-dibenciloxydiestanoxano,
 5 1,3-dibutil-1,3-dipropil-1,3-difeniloxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dimetoxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dietoxidiestanoxano,
 10 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipropiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 15 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipentiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dihexiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-diheptiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 20 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dioctiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dinoniloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 25 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dideciloxydiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibenciloxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-difeniloxidiestanoxano,
 30 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dimetoxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dietoxidiestanoxano,
 35 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dipropiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dibutiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dipentiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 40 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dihexiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-diheptiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 45 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dioctiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dinoniloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dideciloxydiestanoxano (y sus isómeros),
 50 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dibenciloxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-difeniloxidiestanoxano,
 55 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dimetoxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dietoxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dipropiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 60 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dibutiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dipentiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 65 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dihexiloxidiestanoxano (y sus isómeros),

- 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-diheptiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dioctiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 5 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dinoniloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dideciloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 10 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dibenzoxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-difeniletoxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dimetoxidiestanoxano,
 15 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dietoxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dipropiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dibutiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 20 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dipentiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dihexiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 25 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-diheptiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dioctiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dinoniloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 30 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dideciloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dibenciloxidiestanoxano,
 35 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-difeniletoxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dimetoxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dietoxidiestanoxano,
 40 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dipropiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dibutiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 45 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dipentiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dihexiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-diheptiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 50 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dioctiloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dinoniloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 55 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dideciloxidiestanoxano (y sus isómeros),
 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dibenciloxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-difeniletoxidiestanoxano,
 60 1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dimetoxidiestanoxano,
 1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dietoxidiestanoxano,
 65 1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dipropiloxidiestanoxano (y sus isómeros),

1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dibutiloxidiestanoxano (y sus isómeros),

1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dipentiloxidiestanoxano (y sus isómeros),

5 1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dihexiloxidiestanoxano (y sus isómeros),

1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-diheptiloxidiestanoxano (y sus isómeros),

10 1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dioctiloxidiestanoxano (y sus isómeros),

1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dinoniloxidiestanoxano (y sus isómeros),

1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dideciloxidiestanoxano (y sus isómeros),

15 1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dibenciloxidiestanoxano, y

1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-difeniltoxidiestanoxano.

20 Los compuestos organometálicos mencionados anteriormente pueden utilizarse individualmente o en combinación. Además, un compuesto organometálico diferente del mencionado anteriormente, y opcionalmente un metal inorgánico puede utilizarse en combinación con cualquiera de los compuestos organometálicos mencionados anteriormente. Como compuesto organometálico, pueden utilizarse aquellos que están disponibles en el mercado. Como alternativa, puede producirse un compuesto organometálico mediante un método convencional. Por ejemplo, un compuesto organometálico puede producirse mediante un método en el que un óxido de organoestaño se hace reaccionar con un alcohol para obtener un compuesto organometálico. Específicamente, por ejemplo, un dialcóxido de dibutilestaño que tiene un grupo alcoxi de cadena larga puede obtenerse a partir de óxido de dibutilestaño y un alcohol de cadena larga mediante un método descrito en la patente holandesa No. 6612421. También es posible obtener un dialcóxido de dialquilestaño a partir de un dialquilestaño halogenado (por ejemplo, un diclorodialquilestaño) y un alcoholato de sodio o similares. Además, también puede obtenerse un alcóxido de dialquilestaño a partir de un óxido de dialquilestaño y un alcohol inferior mediante un método descrito en los documentos WO03/055840 o WO04/014840 mencionados anteriormente. En el método descrito en los documentos WO03/055840 o WO04/014840, cuando se obtiene un compuesto organometálico a partir de óxido de dibutilestaño y un alcohol que tiene un punto de ebullición inferior al del agua, el compuesto organometálico obtenido tiende a estar constituido principalmente por un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (2). Sin embargo, si se desea, puede obtenerse una gran cantidad de un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (1) sometiendo al compuesto organometálico mencionado anteriormente constituido principalmente por un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (2) a destilación, obteniendo de este modo un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (1) como destilado.

40 Los compuestos organometálicos que se representan, respectivamente, mediante las fórmulas (1) y (2) pueden identificarse mediante espectroscopia de resonancia magnética nuclear de estaño-119 (^{119}Sn -RMN) (véase, por ejemplo, la patente de Estados Unidos No. 5.545.600). Sin embargo, se sabe que en un espectro de ^{119}Sn -RMN, el valor de un desplazamiento químico atribuido a la estructura del compuesto organometálico representado mediante la fórmula (1) varía enormemente dependiendo, por ejemplo, del contenido de compuesto organometálico de la muestra utilizada para un análisis de ^{119}Sn -RMN y de la presencia o ausencia de un alcohol en la muestra utilizada para un análisis de ^{119}Sn -RMN (este hecho no se describe en la patente de Estados Unidos No. 5.545.600 mencionada anteriormente). Por lo tanto, es preferente que el análisis del compuesto organometálico se realice mediante un método en el que se utilizan espectroscopia de resonancia magnética nuclear de protones (^1H -RMN) y espectroscopia de resonancia magnética nuclear de carbono-13 (^{13}C -RMN) en combinación con la espectroscopia de ^{119}Sn -RMN mencionada anteriormente.

55 En la presente invención, tal como se ha mencionado anteriormente, es preferente que el compuesto organometálico comprenda, como mínimo, un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (1) y un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (2). Es posible obtener un carbonato de dialquilo a partir de cualquiera de un compuesto organometálico de fórmula (1) y un compuesto organometálico de fórmula (2). Sin embargo, desde el punto de vista de la velocidad de formación del carbonato de dialquilo y la cantidad del carbonato de dialquilo producido, es preferente utilizar un compuesto organometálico de fórmula (1). Específicamente, es preferente utilizar un compuesto organometálico de fórmula (1) solo o en combinación con otras especies del compuesto organometálico, de modo que la cantidad de un compuesto organometálico de fórmula (1) sea del 50% molar o más, en términos del % molar del metal contenido en el compuesto organometálico de fórmula (1), en base a la cantidad molar total de los metales contenidos en los compuestos organometálicos utilizados en la presente invención.

65 En lo sucesivo en el presente documento, se dan explicaciones con respecto los alcoholes utilizados en el método de la presente invención.

En el método de la presente invención, un primer alcohol se utiliza en la etapa (3). Además, un segundo alcohol puede utilizarse opcionalmente en la etapa (2).

El primer y segundo alcoholes pueden ser iguales o diferentes entre sí. Los ejemplos de dichos alcoholes incluyen alcoholes alquílicos que tienen un grupo alquilo C_1-C_{12} de cadena lineal o ramificado, alcoholes cicloalquílicos que tienen un grupo cicloalquilo C_5-C_{12} , alcoholes alquénílicos que tienen un grupo alqueno C_2-C_{12} de cadena lineal o ramificado, y alcoholes aralquílicos que tienen un grupo aralquilo C_7-C_{20} que comprende anillo C_6-C_{19} sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo C_1-C_{14} de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo C_5-C_{14} .

Los ejemplos específicos de estos alcoholes incluyen alcoholes alifáticos C_1-C_{12} y alcoholes alicíclicos C_5-C_{12} , tales como metanol, etanol, propanol, 2-propanol, 1-butanol, 2-butanol (y sus isómeros), 2-metil-1-propanol, 2-metil-2-propanol, ciclobutanol, 1-pentanol, 2-pentanol (y sus isómeros), 3-pentanol, 3-metil-1-butanol, 2-metil-1-butanol, 2-metil-2-butanol (y sus isómeros), 3-metil-2-butanol (y sus isómeros), ciclopentanol, 2-metil-1-ciclobutanol (y sus isómeros), 3-metil-1-ciclobutanol (y sus isómeros), 1-metil-1-ciclobutanol (y sus isómeros), ciclobutilmetanol (y sus isómeros), 1-hexanol, 2-hexanol (y sus isómeros), 3-hexanol (y sus isómeros), 4-metil-1-pentanol (y sus isómeros), 3-metil-1-pentanol (y sus isómeros), 2-metil-1-pentanol (y sus isómeros), 2-etil-1-butanol, 3-metil-2-pentanol (y sus isómeros), 3-metil-3-pentanol (y sus isómeros), ciclohexanol, 1-metil-1-ciclopentanol (y sus isómeros), 2-metil-1-ciclopentanol (y sus isómeros), 2-ciclobutiletanol (y sus isómeros), 1-ciclobutiletanol (y sus isómeros), (1-metilciclobutil)metanol (y sus isómeros), (2-metilciclobutil)metanol (y sus isómeros), heptanol (y sus isómeros), ciclohexilmetanol (y sus isómeros), (metilciclohexil)metanol (y sus isómeros), ciclohexiletanol (y sus isómeros), (etilciclobutil)metanol (y sus isómeros), (metilciclopropil)etanol (y sus isómeros), (etilciclopropil)metanol (y sus isómeros), octanol (y sus isómeros), nonanol (y sus isómeros), decanol (y sus isómeros), undecanol (y sus isómeros), dodecanol (y sus isómeros), alcohol propenílico, alcohol butenílico (y sus isómeros), alcohol pentenílico (y sus isómeros), ciclopentenol (y sus isómeros), alcohol ciclopentadienílico, hexenol (y sus isómeros) y ciclohexenol (y sus isómeros); y alcoholes aralquílicos, tales como alcohol bencílico y alcohol fenetílico.

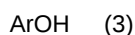
Además, como primer y segundo alcoholes, pueden utilizarse alcoholes polihídricos. Los ejemplos de alcoholes polihídricos incluyen alcoholes alifáticos C_1-C_{12} polihídricos y alcoholes alicíclicos C_5-C_{12} polihídricos, tales como etilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,2-propanodiol, ciclohexanodiol y ciclopentanodiol; y alcoholes aralquílicos, tales como bencenodimetanol.

Entre los alcoholes mencionados anteriormente, son preferentes aquellos que tienen un punto de ebullición superior al del agua (en los que el punto de ebullición se mide a presión atmosférica). Los ejemplos de dichos alcoholes incluyen 1-butanol, 2-metil-1-propanol, un alcohol alquílico que tiene un grupo alquilo C_5-C_{12} de cadena lineal o ramificado, un alcohol alquénílico que tiene un grupo alqueno C_4-C_{12} de cadena lineal o ramificado, un alcohol cicloalquílico y un alcohol aralquílico. Entre estos alcoholes, son más preferentes 1-butanol, 2-metil-1-propanol y un alcohol alquílico que tiene un grupo alquilo C_5-C_8 de cadena lineal o ramificado.

En la presente invención, cuando se produce un carbonato aromático realizando repetidamente un ciclo de etapas (1) a (4), es preferente utilizar un alcohol que tiene un punto de ebullición inferior al del compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4) (en el que el punto de ebullición se mide a presión atmosférica), y es más preferente utilizar un alcohol primario seleccionado entre el grupo que comprende 1-butanol, 2-metil-1-propanol y un alcohol primario que es un alcohol alquílico C_5-C_6 de cadena lineal o ramificado.

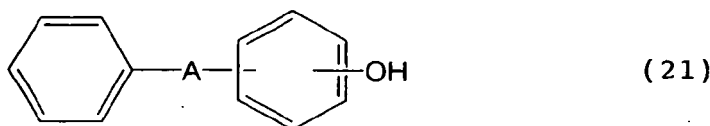
En lo sucesivo en el presente documento, se dan explicaciones con respecto al compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4) del método de la presente invención.

Con respecto al compuesto hidroxiaromático, no hay ninguna limitación particular. Los ejemplos de compuestos hidroxiaromáticos incluyen compuestos hidroxiaromáticos representados mediante la siguiente fórmula (3):



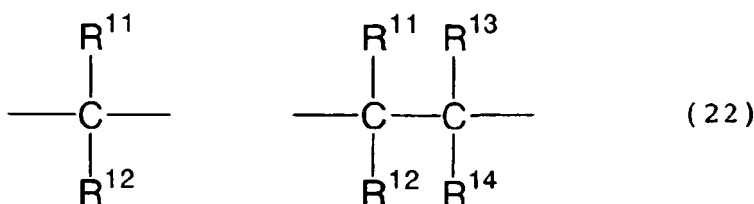
en la que Ar representa un grupo aromático C_5-C_{30} .

Los ejemplos de compuestos hidroxiaromáticos representados mediante la fórmula (3) anterior incluyen fenol; alquilfenoles, tales como cresol (y sus isómeros), xilenol (y sus isómeros), trimetilfenol (y sus isómeros), tetrametilfenol (y sus isómeros), etilfenol (y sus isómeros), propilfenol (y sus isómeros), butilfenol (y sus isómeros), dietilfenol (y sus isómeros), metiletilfenol (y sus isómeros), metilpropilfenol (y sus isómeros), dipropilfenol (y sus isómeros), metilbutilfenol (y sus isómeros), pentilfenol (y sus isómeros), hexilfenol (y sus isómeros) y ciclohexilfenol (y sus isómeros); alcoxifenoles, tales como metoxifenol (y sus isómeros) y etoxifenol (y sus isómeros); y fenoles sustituidos representados mediante la fórmula que se menciona más adelante (21):

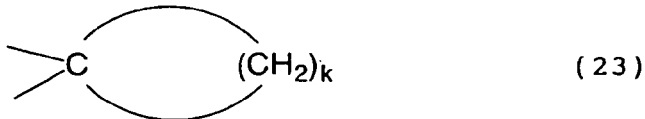


en la que A representa un enlace sencillo; un grupo divalente, tal como -O-, -S-, -CO- o -SO₂-; un grupo alquileo sin sustituir o sustituido representando mediante la fórmula (22) más adelante; o un grupo cicloalquileo representado mediante la fórmula (23) más adelante,

5 en la que cada uno de los anillos aromáticos puede sustituirse independientemente con un grupo alquilo inferior, un grupo alcoxi inferior, un grupo éster, un grupo hidroxilo, un grupo nitro, un átomo de halógeno, un grupo ciano o similares.



10 en la que cada uno de R¹¹, R¹², R¹³ y R¹⁴ representa independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo inferior, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, en los que cada uno del grupo alquilo inferior, el grupo cicloalquilo, el grupo arilo y el grupo aralquilo está sustituido opcionalmente con un átomo de halógeno o un grupo alcoxi.



15 en la que k es un número entero de 3 a 11, y cada átomo de hidrógeno (H) puede sustituirse por un grupo alquilo inferior, un grupo arilo o un átomo de halógeno.

Los ejemplos específicos de compuestos hidroxiaromáticos representados mediante la fórmula mencionada anteriormente (21) incluyen naftol (y sus isómeros); naftoles sustituidos; y compuestos hidroxiheteroaromáticos, tales como hidroxipiridina (y sus isómeros), hidroxicoumarina (y sus isómeros) e hidroxiquinolina (y sus isómeros).

Entre los compuestos hidroxiaromáticos mencionados anteriormente representados mediante la fórmula mencionada anteriormente (3), son preferentes los compuestos hidroxiaromáticos que tienen un grupo aromático C₆-C₁₀ como grupo aromático Ar, y el más preferente es fenol.

25 El tipo de compuesto hidroxiaromático utilizado en la presente invención se selecciona apropiadamente dependiendo del tipo de carbonato aromático deseado. Por ejemplo, cuando se desea producir carbonato de difenilo, se utiliza fenol como compuesto hidroxiaromático; cuando se desea obtener carbonato de ditolilo, se utiliza cresol como compuesto hidroxiaromático; y cuando se desea producir carbonato de dinaftilo, se utiliza naftol como compuesto hidroxiaromático.

30 Tal como se ha mencionado anteriormente, el compuesto hidroxiaromático puede tener un sustituyente, tal como un grupo alquilo o un átomo de halógeno. Además, el compuesto hidroxiaromático puede ser un compuesto heterocíclico, tal como hidroxipiridina.

35 Con respecto a cada etapa del método de la presente invención, más adelante se dan explicaciones más detalladas.

40 Tal como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (1), un compuesto organometálico se hace reaccionar con dióxido de carbono para formar un aducto de CO₂ del compuesto organometálico, seguido de una reacción de descomposición térmica del aducto de CO₂, para obtener, de este modo, una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo (véase la fórmula (6) anterior).

La temperatura para la reacción en la etapa (1) es generalmente de 20°C (temperatura ambiente) o superior,

preferentemente de 20 a 300°C. Para completar la reacción en un corto periodo de tiempo, es más preferente realizar la reacción a de 80 a 200°C. La reacción en la etapa (1) se realiza generalmente durante de 10 minutos a 500 horas.

5 En la etapa (1), es preferente que se utilice dióxido de carbono en una cantidad que es de 1 a 200 veces la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad del compuesto organometálico. Es más preferente que se utilice dióxido de carbono en una cantidad que es de 1 a 50 veces la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad del compuesto organometálico. Además, cuando la cantidad de dióxido de carbono es grande, la reacción en la etapa (1) se vuelve una reacción a alta presión de modo que no solamente se vuelve necesario utilizar un recipiente de
10 reacción que tenga alta resistencia a la presión, sino también una gran cantidad de dióxido de carbono se desperdicia durante el purgado de dióxido de carbono que no reaccionó una vez completada la etapa (1). Por lo tanto, es lo más preferente que se utilice dióxido de carbono en una cantidad que es de 1 a 20 veces la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad del compuesto organometálico. Por lo tanto, en la etapa (1), es preferente que el compuesto organometálico se utilice en una cantidad que es de 1/200 a 1 vez, más
15 ventajosamente de 1/50 a 1 vez, de la forma más ventajosa de 1/20 a 1 vez, tan grande como la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad de dióxido de carbono.

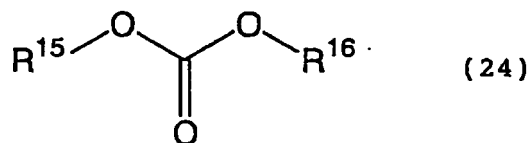
La presión empleada para la reacción en la etapa (1) es generalmente de presión atmosférica a 200 MPa, preferentemente de presión atmosférica a 100 MPa, en la que, si se desea, la reacción puede realizarse mientras se
20 introduce dióxido de carbono adicional en el sistema de reacción. La introducción de dióxido de carbono adicional en el sistema de reacción puede realizarse de forma intermitente o de forma continua.

Cuando se confirma mediante el análisis de la mezcla de reacción obtenida (que es un líquido) que se ha obtenido una cantidad satisfactoria del carbonato de dialquilo deseado, la etapa (1) se detiene. Por ejemplo, cuando el
25 carbonato de dialquilo se obtiene en una cantidad que es el 10% o más, en base a la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad del compuesto organometálico, la mezcla de reacción puede sacarse del recipiente de reacción después de que la presión en el recipiente de reacción se reduce a presión atmosférica o, como alternativa, sin reducir la presión en el recipiente de reacción.

30 En el método de la presente invención, el sistema de reacción en la etapa (1) puede contener sustancias diferentes de las mencionadas anteriormente. Los ejemplos de otras sustancias que son útiles en la etapa (1) incluyen aquellas que funcionan como un agente deshidratante en el sistema de reacción. Mediante la utilización de un agente deshidratante en la etapa (1), el sistema de reacción puede mantenerse no acuoso. Como agente deshidratante, puede utilizarse cualquier agente deshidratante orgánico convencional. Los ejemplos de agentes deshidratantes
35 incluyen compuestos y ortoésteres de acetal, tales como acetato de ortotrimetilo. Además, también pueden utilizarse diciohexilcarbodiimida y similares como agente deshidratante orgánico. Como alternativa, pueden utilizarse agentes deshidratantes sólidos, tales como tamices moleculares, como agente deshidratante. Cuando se utiliza un agente deshidratante sólido, es preferente que el agente deshidratante sólido se elimine del sistema de reacción antes de que se realice la etapa (3).

40 La mezcla de reacción, una vez completada la etapa (1), como tal puede utilizarse en la etapa (2). Como alternativa, la mezcla de reacción, una vez completada la etapa (1), puede enfriarse y/o calentarse antes de su utilización en la etapa (2). La mezcla de reacción, una vez completada la etapa (1), puede contener dióxido de carbono que puede estar disuelto en la mezcla de reacción (que es un líquido) o puede estar presente en forma de un aducto de CO₂ del
45 compuesto organometálico. La presencia de dióxido de carbono en la mezcla de reacción una vez completada la etapa (1) es desventajosa en el siguiente punto. Cuando se realiza una destilación en la etapa (2), existe un riesgo de que la mezcla de reacción forme espuma de forma súbita debido a la presencia de dióxido de carbono en la mezcla de reacción. Incluso cuando la destilación se realiza a presión reducida, es difícil mantener constante el nivel de presión reducida. Para obviar dicha desventaja, una etapa adicional para eliminar el dióxido de carbono de la
50 mezcla de reacción puede realizarse antes de la etapa (2), en la que el dióxido de carbono puede estar disuelto en la mezcla de reacción (que es un líquido) o puede estar presente en forma de un aducto de CO₂ del compuesto organometálico. Como métodos preferentes para eliminar dióxido de carbono de la mezcla de reacción, puede mencionarse un método en el que la mezcla de reacción se calienta, y un método en el que se reduce la presión del recipiente de reacción (utilizado en la etapa (1)) que contiene la mezcla de reacción una vez completada la etapa (1).
55 Huelga decir que el dióxido de carbono recuperado en esta etapa de eliminación de dióxido de carbono puede reciclarse a la etapa (1).

En la etapa (2), el carbonato de dialquilo formado en la etapa (1) se separa de la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) para obtener un líquido residual. El carbonato de dialquilo separado en la etapa (2) (es decir, carbonato de
60 dialquilo formado en la etapa (1)) se representa mediante la siguiente fórmula (24):



en la que cada uno de R^{15} y R^{16} representa independientemente un grupo alquilo que es el mismo que el resto alquilo del grupo alcoxi contenido en el compuesto organometálico utilizado en la etapa (1).

Los ejemplos de carbonatos de dialquilo separados en la etapa (2) incluyen carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo (y sus isómeros), carbonato de dibutenilo (y sus isómeros), carbonato de dibutilo (y sus isómeros), carbonato de dipentilo (y sus isómeros), carbonato de dihexilo (y sus isómeros), carbonato de diheptilo (y sus isómeros), carbonato de dioctilo (y sus isómeros), carbonato de dinonilo (y sus isómeros), carbonato de didecilo (y sus isómeros), carbonato de dicitopentilo (y sus isómeros), carbonato de dicitlohexilo (y sus isómeros), carbonato de dicitloheptilo (y sus isómeros), carbonato de dibencilo (y sus isómeros), carbonato de difenetilo (y sus isómeros), carbonato de difenilpropilo (y sus isómeros), carbonato de difenilbutilo (y sus isómeros), carbonato de diclorobencilo (y sus isómeros), carbonato de dimetoxibencilo (y sus isómeros), carbonato de dimetoximetilo (y sus isómeros), carbonato de dimetoxietilo (y sus isómeros), carbonato de dicloroetilo (y sus isómeros), carbonato de dicianoetilo (y sus isómeros), carbonato de metiletilo, carbonato de metilpropilo (y sus isómeros), carbonato de metilbutilo (y sus isómeros), carbonato de metilpentilo (y sus isómeros), carbonato de etilpropilo (y sus isómeros), carbonato de etilbutilo (y sus isómeros), carbonato de etilpentilo (y sus isómeros), carbonato de propilbutilo (y sus isómeros), carbonato de propilpentilo (y sus isómeros), carbonato de butilpentilo (y sus isómeros), carbonato de butilhexilo (y sus isómeros), carbonato de butilheptilo (y sus isómeros) y carbonato de butiloctilo (y sus isómeros).

En la etapa (2), se obtiene un líquido residual que contiene un componente que contiene metal, separando el carbonato de dialquilo de la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1). La expresión "líquido residual que contiene un componente que contiene metal" significa un líquido residual que contiene un compuesto organometálico activo, regenerable que está sin modificar o modificado.

La separación del carbonato de dialquilo en la etapa (2) puede realizarse mediante un método de separación convencional. Los ejemplos de dichos métodos de separación incluyen destilación, extracción, filtración y separación por membrana. Estos métodos de separación pueden utilizarse individualmente o en combinación. Como disolvente preferente para extracción, puede mencionarse un disolvente que no reacciona con un carbonato de dialquilo. Los ejemplos de dichos disolventes preferentes incluyen hidrocarburos alifáticos, tales como hexano y ciclohexano; hidrocarburos halogenados, tales como cloroformo, diclorometano y triclorometileno; hidrocarburos aromáticos, tales como benceno, tolueno y clorobenceno; y éteres, tales como éter dietílico y anisol.

En la etapa (1), cuando el compuesto organometálico tiene un grupo metoxi y/o grupo etoxi, es posible obtener una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo (tal como carbonato de dimetilo o carbonato de dietilo) que tiene un punto de ebullición de 100°C o menos (en el que el punto de ebullición se mide a presión atmosférica). Dicho carbonato de dialquilo puede separarse directamente de la mezcla de reacción mediante destilación. La destilación puede realizarse mediante cualquiera de métodos de destilación empleados convencionalmente, tales como una destilación a presión atmosférica, una destilación a presión reducida y una destilación a presión superatmosférica. La temperatura para la destilación es generalmente de -20°C al punto de ebullición del carbonato de dialquilo, preferentemente de 20°C al punto de ebullición del carbonato de dialquilo. La destilación puede realizarse en presencia de un disolvente o mediante destilación extractiva. Por otro lado, cuando el carbonato de dialquilo tiene un punto de ebullición mayor de 100°C (en el que el punto de ebullición se mide a presión atmosférica) o tiene seis o más átomos de carbono, de modo que el punto de ebullición del carbonato de dialquilo es alto, la separación del carbonato de dialquilo mediante destilación está acompañada a veces por la siguiente desventaja. Cuando la temperatura para destilación (es decir, la temperatura de la mezcla de reacción que se someterá a destilación) se vuelve alta, la reacción inversa en la reacción en equilibrio de la fórmula mencionada anteriormente (6) es promovida en gran medida, rebajando de este modo el rendimiento del carbonato de dialquilo. Sin embargo, en tal caso, el rendimiento del carbonato de dialquilo puede mejorar separando el carbonato de dialquilo de la mezcla de reacción a una velocidad que es mayor que la velocidad de la reacción inversa. Con este propósito, es preferente emplear, por ejemplo, un método de destilación que se realiza a presión muy reducida, o un método de destilación en película fina en el que el área superficial específica de la mezcla de reacción aumenta para separar el carbonato de dialquilo rápidamente en forma de un vapor a partir de la mezcla de reacción.

Como aparato para la destilación en película fina realizada en la etapa (2), puede utilizarse cualquiera de los aparatos convencionales. El aparato de destilación en película fina puede tener unido a éste cualquier equipo complementario convencional. En la presente invención, es preferente utilizar un aparato de destilación en película fina provisto de una columna de destilación. Como columna de destilación, puede utilizarse una columna

convencional.

En el caso de la destilación en película fina, la temperatura de la superficie transferente de calor en el recipiente de destilación en película fina se utiliza como la temperatura para la separación (temperatura de separación). Como alternativa, la temperatura de una camisa o un medio de calentamiento (que se utilizan para calentar la superficie transferente de calor) puede utilizarse como la temperatura de separación. La temperatura de separación varía dependiendo de los tipos y cantidades del carbonato de dialquilo y el componente que contiene metal que están contenidas en la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1); sin embargo, la temperatura de separación es generalmente de temperatura ambiente (20°C) a 300°C. Desde el punto de vista de la supresión del desplazamiento del equilibrio de la reacción de la fórmula (6) anterior en la dirección del sistema original (es decir, para suprimir la reacción inversa de la reacción en equilibrio de la fórmula (6)), y mejorar no solamente la fluidez de la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1), sino también la fluidez de cada uno del carbonato de dialquilo y el componente que contiene metal después de la separación del carbonato de dialquilo del componente que contiene metal mediante la destilación en película fina, es preferente que la temperatura de separación esté en el intervalo de 80 a 180°C.

En la destilación en película fina, el calentamiento de la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) puede realizarse mediante un método convencional, tal como un método que utiliza una camisa.

Con respecto a la presión para la separación (presión de separación) mediante la destilación en película fina, más adelante se da una explicación. Cuando el aparato de destilación en película fina está provisto de una columna de destilación, la presión en la parte superior de la columna de destilación se utiliza como presión de separación. Por otro lado, cuando el aparato de destilación en película fina no está provisto de una columna de destilación, la presión interna del recipiente de destilación se utiliza como presión de separación. La presión de separación varía dependiendo, por ejemplo, de los tipos y cantidades del carbonato de dialquilo y el componente que contiene metal que están contenidos en la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1). Generalmente, la presión de separación puede ser presión reducida o presión atmosférica. Específicamente, la presión de separación es generalmente de 0,1 a 101,3 kPa (presión atmosférica), preferentemente de 0,3 a 30 kPa.

Cuando la separación del carbonato de dialquilo de la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) se realiza a 30 KPa o más, y el carbonato de dialquilo tiene un alto punto de ebullición, la presión de vapor del carbonato de dialquilo es baja y, por lo tanto, es necesario utilizar una temperatura de destilación alta. Sin embargo, cuando la temperatura de destilación es alta, existe un riesgo de que el equilibrio de la reacción de la fórmula (6) anterior se desplace en gran medida en la dirección del sistema original (es decir, la reacción inversa de la reacción en equilibrio de la fórmula (6) se produce vigorosamente) durante la destilación, rebajando de este modo el rendimiento del carbonato de dialquilo. Por lo tanto, cuando la separación por destilación se realiza a 30 KPa o más con respecto a una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo que tiene una alta temperatura de ebullición, es necesario controlar la temperatura, la presión y el tiempo de residencia de modo que el desplazamiento del equilibrio de la reacción de la fórmula (6) anterior en la dirección del sistema original pueda suprimirse de forma satisfactoria. El tiempo de residencia de la mezcla de reacción en el recipiente de destilación en película fina varía dependiendo de los tipos y cantidades del carbonato de dialquilo y el componente que contiene metal que están contenidos en la mezcla de reacción; sin embargo, el tiempo de residencia es generalmente de 1 segundo a 1 hora. Para suprimir el desplazamiento del equilibrio de la reacción de la fórmula (6) anterior en la dirección del sistema original, es preferente que el tiempo de residencia sea de 10 segundos a 10 minutos. El área de la superficie transferente de calor en el recipiente de destilación en película fina varía dependiendo no solamente de los tipos y cantidades del carbonato de dialquilo y el componente que contiene metal que están contenidos en la mezcla de reacción, sino también de la velocidad de alimentación de la mezcla de reacción y el material del recipiente de destilación en película fina. Por ejemplo, el área de la superficie transferente de calor puede ajustarse de modo que el área de la superficie transferente de calor y la velocidad de alimentación de la mezcla de reacción cumplan la relación representada mediante la fórmula (25) más adelante.

$$\text{velocidad de alimentación (g/h)} \times \text{coeficiente } k \text{ (h} \times \text{m}^2/\text{g)} = \text{área de la superficie transferente de calor (m}^2\text{)} \quad (25)$$

en la que el coeficiente k es un número en el intervalo de 1/10.000 a 1/1, preferentemente de 1/4.000 a 1/100.

Huelga decir que el área de la superficie transferente de calor puede ajustarse mediante un método diferente del método que utiliza la fórmula (25), en base al conocimiento y la técnica convencionales relativos a la destilación en película fina.

El grosor de la película formada durante la destilación en película fina de la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) varía dependiendo no solamente de los tipos y cantidades del carbonato de dialquilo y el componente que contiene metal que están contenidos en la mezcla de reacción, sino también de la velocidad de alimentación de la mezcla de reacción y la temperatura de separación mencionada anteriormente; sin embargo, el grosor de la película es generalmente de 1×10^{-8} a 1×10^{-1} m. Para mejorar la eficacia de separación, es preferente que el grosor de la película sea de 1×10^{-6} a 1×10^{-2} m.

En la presente invención, no es necesario utilizar un disolvente. Sin embargo, para facilitar las operaciones que utilizan la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) mejorando las fluideces del carbonato de dialquilo separado y el componente que contiene metal separado, puede utilizarse un disolvente que no reacciona con el carbonato de dialquilo o el componente que contiene metal. Los ejemplos preferentes de dichos disolventes incluyen hidrocarburos alifáticos y alicíclicos, tales como hexano y ciclohexano; hidrocarburos halogenados, tales como cloroformo, diclorometano y triclorometileno; hidrocarburos aromáticos, tales como benceno, tolueno y clorobenceno; y éteres tales como éter dietílico y anisol.

En el aparato de destilación en película fina, una fracción (en forma gaseosa) constituida principalmente por el carbonato de dialquilo se extrae de la parte superior del aparato mientras se extrae el líquido residual de la parte inferior del aparato. La fracción extraída constituida principalmente por dicho carbonato de dialquilo puede utilizarse en la etapa (4) sin purificación. Como alternativa, la fracción extraída puede purificarse mediante un método convencional antes de que la fracción se utilice en la etapa (4).

Cuando el carbonato de dialquilo formado en la etapa (1) tiene un punto de ebullición tan alto que es difícil separar el carbonato de dialquilo del componente que contiene metal en la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1), la separación puede realizarse añadiendo un alcohol (segundo alcohol) a la mezcla de reacción antes de realizar la separación del carbonato de dialquilo en la etapa (2). Como segundo alcohol, es preferente utilizar un alcohol que tenga un punto de ebullición inferior al punto o puntos de ebullición del alcohol o alcoholes correspondientes al grupo o grupos alcoxi contenidos en el carbonato de dialquilo, y que se selecciona entre el grupo que comprende alcoholes alquílicos en los que el resto alquilo es un alquilo C₁-C₆ lineal o ramificado. Específicamente, mediante la adición del segundo alcohol que tiene un punto de ebullición tan bajo a la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1), se produce una reacción de transesterificación entre el carbonato de dialquilo y el segundo alcohol para intercambiar los grupos alquilo del carbonato de dialquilo con los grupos alquilo del segundo alcohol, obteniendo de este modo un carbonato de dialquilo que tiene un punto de ebullición inferior al del carbonato de dialquilo obtenido en la etapa (1). El carbonato de dialquilo obtenido que tiene un menor punto de ebullición puede separarse fácilmente del componente que contiene metal mediante la separación por destilación.

La cantidad del segundo alcohol añadido en la etapa (2) varía dependiendo de las condiciones de la reacción en la etapa (1); sin embargo, es preferente que la cantidad del segundo alcohol sea de 2 a 100, en términos de la relación molar del segundo alcohol respecto al carbonato de dialquilo formado en la etapa (1). La temperatura a la cual el segundo alcohol se añade a la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) está generalmente en el intervalo de temperatura ambiente (aproximadamente 20°C) hasta el punto de ebullición del segundo alcohol. Con respecto a la adición del segundo alcohol y la separación del carbonato de dialquilo producido mediante la reacción de transesterificación mencionada anteriormente, la adición y separación pueden realizarse, por ejemplo, de la siguiente manera. El segundo alcohol se añade a la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) de manera discontinua o continua para realizar una reacción de transesterificación y, una vez completada la reacción de transesterificación, el carbonato de dialquilo producido mediante la reacción de transesterificación se separa mediante destilación. La reacción de transesterificación del carbonato de dialquilo con el segundo alcohol y la separación del carbonato de dialquilo también pueden realizarse mediante un método de destilación reactiva utilizando una columna de destilación de fases múltiples de la siguiente manera. La mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) se introduce en una columna de destilación de fases múltiples a partir de la parte superior de la misma mientras se introduce el segundo alcohol en la columna de destilación de fases múltiples a partir de la parte inferior de la misma, en la que se realizan la reacción de transesterificación y la destilación en condiciones de temperatura y presión en las que el segundo alcohol tiene una presión de vapor.

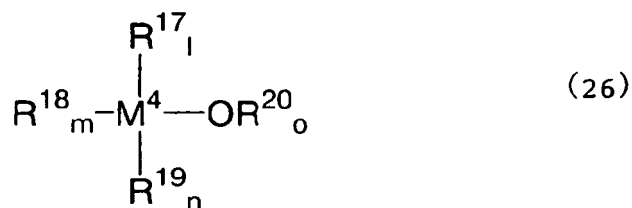
La mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) puede contener el compuesto organometálico que queda sin reaccionar y un producto de descomposición térmica del compuesto organometálico. La etapa (2) puede realizarse después o mientras se eliminan el compuesto organometálico que queda sin reaccionar y el producto de descomposición térmica de la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1).

Tal como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (1), un compuesto organometálico se hace reaccionar con dióxido de carbono. Dado que el compuesto organometálico utilizado en la etapa (1) tiene una reactividad con dióxido de carbono, el compuesto organometálico se denomina, en lo sucesivo en el presente documento, frecuentemente como "compuesto organometálico reactivo". Como los inventores de la presente invención propusieron en el documento WO 04/014840 mencionado anteriormente, puede hacerse que la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) contenga los siguientes componentes: un carbonato de dialquilo formado mediante la reacción entre el compuesto organometálico y dióxido de carbono; un compuesto organometálico modificado, activo, regenerable; y un compuesto organometálico inactivo, no regenerable (es decir, un compuesto degradado). Cuando se obtiene dicha mezcla de reacción, el compuesto organometálico inactivo, no regenerable (compuesto degradado) puede separarse de la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1). Específicamente, por ejemplo, la separación del compuesto degradado puede realizarse mediante un método en el que la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) se separa en una primera mezcla que comprende el carbonato de dialquilo y el compuesto degradado y una segunda mezcla que comprende un líquido residual constituido por el compuesto organometálico modificado, activo, regenerable, y el carbonato de dialquilo se separa de la primera mezcla. Como alternativa, la separación del

compuesto degradado puede realizarse mediante un método en el que la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) se separa en una primera mezcla que comprende el carbonato de dialquilo y una segunda mezcla que comprende el compuesto organometálico modificado, activo, regenerable y el compuesto degradado, y el compuesto degradado se elimina de la segunda mezcla.

En la presente invención, la expresión “compuesto organometálico modificado, activo, regenerable” se utiliza para indicar compuestos derivados del compuesto organometálico reactivo, que están constituidos principalmente por el aducto mencionado anteriormente (aducto de CO₂) formado mediante la reacción del compuesto organometálico reactivo con dióxido de carbono, o productos de descomposición formados mediante la descomposición térmica del aducto, en la que los productos de descomposición térmica se forman simultáneamente con la formación del carbonato de dialquilo. Es difícil especificar la estructura detallada del compuesto organometálico modificado, activo, regenerable. Sin embargo, como ejemplos generales de compuestos organometálicos modificados, activos, regenerables que pueden formarse en la etapa (1) del método de la presente invención, pueden mencionarse el aducto de dióxido de carbono mencionado anteriormente del compuesto organometálico reactivo, un producto de hidrólisis del compuesto organometálico reactivo y un producto de hidrólisis del aducto de dióxido de carbono del compuesto organometálico reactivo.

Por otro lado, la expresión “compuesto organometálico inactivo, no regenerable” (o “compuesto degradado”) se utiliza para indicar compuestos que también se derivan del compuesto organometálico reactivo y que son compuestos orgánicos no regenerables (formados mediante una degradación térmica del compuesto organometálico reactivo o el aducto de dióxido de carbono del mismo) que tienen una actividad extremadamente baja. Un compuesto degradado se forma principalmente en la etapa (3). Sin embargo, un compuesto degradado se forma a veces en una etapa para producir el compuesto organometálico reactivo. Como ejemplo representativo del compuesto degradado, puede mencionarse un compuesto que tiene, por átomo metálico en una molécula del mismo, como mínimo tres enlaces metal-carbono. Como ejemplo de dicho compuesto, puede mencionarse un compuesto representado mediante la siguiente fórmula (26):



en la que:

M⁴ representa un átomo metálico seleccionado entre el grupo que comprende elementos que pertenecen a los Grupos 4 y 14 de la tabla periódica, excepto el silicio;

cada uno de R¹⁷, R¹⁸ y R¹⁹ representa independientemente un grupo alquilo C₁-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo C₅-C₁₂, un grupo alqueno C₂-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un grupo aralquilo C₇-C₂₀ que comprende arilo C₆-C₁₉ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo C₁-C₁₄ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo C₅-C₁₄, o un grupo arilo C₆-C₂₀ sin sustituir o sustituido;

R²⁰ representa un grupo alquilo C₁-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo C₅-C₁₂, un grupo alqueno C₂-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, o un grupo aralquilo C₇-C₂₀ que comprende arilo C₆-C₁₉ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo C₁-C₁₄ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo C₅-C₁₄; y

cada uno de l, m y n es un número entero de 0 a 4, l + m + n = 3 ó 4, o es un número entero de 0 ó 1, y l + m + n + o = 4.

Los ejemplos específicos de compuestos degradados de fórmula (26) anterior incluyen alcóxido de tetraalquilestaño y trialquilestaño. Ejemplos adicionales de compuestos degradados incluyen óxidos metálicos, tales como SnO₂, TiO₂ y ZrO₂.

Se sabe que, en general, un compuesto organometálico sufre modificación en presencia de oxígeno. El compuesto organometálico utilizado en la presente invención también sufre modificación en presencia de oxígeno para formar un compuesto degradado diferente de los compuestos degradados mencionados anteriormente. (La estructura específica del otro compuesto degradado aún no se ha aclarado.) Por lo tanto, durante la producción y el almacenamiento del compuesto organometálico y durante cada etapa del método de la presente invención, es necesario suprimir la cantidad de oxígeno que entra en contacto con el compuesto organometálico mediante un método convencional.

Se considera que el compuesto degradado representado mediante la fórmula (26) anterior se forma durante la producción del compuesto organometálico de fórmula (1) o (2) anterior, o se forma mediante la modificación térmica del compuesto organometálico de fórmula (1) o (2) anterior.

Es preferente que cada etapa del método de la presente invención se realice en condiciones en las que la cantidad de un compuesto degradado formado sea lo más pequeña posible. En el método de la presente invención, pueden formarse compuestos degradados diferentes del compuesto de fórmula (26) anterior. Sin embargo, en la etapa (2) del método de la presente invención, el compuesto de fórmula (26) se elimina principalmente como un compuesto degradado. La razón para esto es la siguiente. El compuesto degradado de fórmula (26) (que tiene, como átomo metálico en una molécula del mismo, como mínimo, tres enlaces metal-carbono) tiene propiedades físicas y químicas diferentes de las del compuesto organometálico útil (es decir, el compuesto organometálico reactivo o el compuesto organometálico modificado, activo, regenerable) (por ejemplo, el compuesto degradado tiene un punto de ebullición inferior al del compuesto organometálico útil y es menos susceptible a hidrólisis que el compuesto organometálico útil).

Cualquier compuesto degradado diferente del compuesto degradado representado mediante la fórmula (26) también puede eliminarse. Como métodos preferentes para eliminar un compuesto degradado, pueden mencionarse despresurización y filtración, cada uno de los cuales se utiliza generalmente en la técnica. Un compuesto degradado (tal como el compuesto de fórmula (26)) que ha sido eliminado puede desecharse mediante un método convencional. Por ejemplo, el compuesto degradado puede desecharse en forma de un óxido metálico del mismo que se forma quemando el compuesto degradado. Huelga decir que un compuesto organometálico útil puede regenerarse a partir del compuesto degradado, eliminado, mediante un método convencional.

En la etapa (2), incluso el carbonato de dialquilo que tiene un punto de ebullición mayor de 100°C puede separarse fácilmente mediante un método en el que se añade agua o un disolvente que contiene agua a la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) para formar una suspensión blanca, los sólidos en la suspensión blanca se eliminan mediante filtración para obtener un filtrado, y el filtrado obtenido se somete a destilación. Con respecto al agua utilizada en este método, no existe ninguna limitación particular; sin embargo, es preferente utilizar agua destilada o agua desionizada.

En la etapa (2), la temperatura a la que se añade agua a la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) está en el intervalo de una temperatura (por ejemplo, -20°C) a la cual el agua no está congelada en la mezcla de reacción hasta 100°C. Una vez completada la etapa (1), es preferente que la temperatura de la mezcla de reacción pueda ajustarse a de 10 a 80°C. Cuando el carbonato de dialquilo formado en la etapa (1) es susceptible a hidrólisis, para suprimir satisfactoriamente la producción de la hidrólisis del carbonato de dialquilo, es más preferente ajustar la temperatura de la mezcla de reacción a de 10 a 50°C. Cuando se utiliza agua en la etapa (2) del método de la presente invención, puede utilizarse agua sola o en combinación con un disolvente diferente de agua. Como disolvente diferente de agua, puede utilizarse cualquiera de aquellos que no reaccionan con el carbonato de dialquilo.

Como método de destilación, puede mencionarse un método de destilación que se conoce convencionalmente en la técnica, tal como destilación a presión atmosférica, destilación a presión reducida y destilación a presión superatmosférica. La destilación puede realizarse a una temperatura de -20°C hasta el punto de ebullición del carbonato de dialquilo, preferentemente de 50°C hasta el punto de ebullición del carbonato de dialquilo. La destilación puede realizarse en presencia de otro disolvente o mediante destilación extractiva.

El carbonato de dialquilo contenido en la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) también puede separarse mediante el siguiente método. Se añade agua y/o un disolvente de extracción a la mezcla de reacción obtenida en la etapa (1) para obtener una mezcla que contiene una fase oleosa que contiene el carbonato de dialquilo, seguida de la recuperación del carbonato de dialquilo de la mezcla.

El carbonato de dialquilo separado de este modo puede utilizarse como tal en la etapa (4). Como alternativa, si se desea, el carbonato de dialquilo puede purificarse mediante un método convencional antes de utilizarlo en la etapa (4).

En la etapa (3), el líquido residual que se obtiene en la etapa (2) se hace reaccionar con un alcohol (es decir, primer alcohol) para formar, como mínimo, un compuesto organometálico y agua y, a continuación, el agua se elimina del compuesto organometálico. La etapa (3) puede realizarse mediante el método descrito en las solicitudes anteriores de los inventores de la presente invención WO 03/055840 o WO 04/014840. El líquido residual obtenido en la etapa (2) después de la separación del carbonato de dialquilo contiene un metal. El líquido residual se obtiene generalmente en forma de un líquido transparente. Sin embargo, en el líquido residual, el metal está presente a veces en forma de sólidos. Incluso en este caso, puede sintetizarse un compuesto organometálico a partir del líquido residual en la etapa (3).

El agua formada en la etapa (3) puede eliminarse del compuesto organometálico mediante un método, tal como

destilación.

El primer alcohol utilizado en la etapa (3) puede contener un compuesto hidroxiaromático y/o un compuesto que contiene un grupo carboxilo. Sin embargo, el contenido total de un compuesto hidroxiaromático y un compuesto que contiene un grupo carboxilo que están presentes en el primer alcohol utilizado en la etapa (3) es preferentemente de 1.000 ppm o menos, más preferentemente 100 ppm o menos. Para controlar las cantidades del compuesto hidroxiaromático y el compuesto que contiene un grupo carboxilo para conseguir el contenido total específico mencionado anteriormente de estos compuestos, si se desea, el primer alcohol puede purificarse mediante un método de purificación convencional, tal como destilación, antes de su utilización en la etapa (3). Para conseguir dicho contenido total específico de los compuestos mencionados anteriormente, es preferente utilizar, como primer alcohol, un alcohol que tiene un punto de ebullición (según lo medido a presión atmosférica) de 300°C o menos.

Cuando se utiliza un alcohol polihídrico como primer alcohol en la etapa (3), es posible que el compuesto organometálico (alcóxido metálico o aralcóxido metálico) se obtenga en forma de un producto reticulado de un compuesto organometálico de fórmula (1) o (2) en la etapa (3). Incluso dicho producto reticulado puede utilizarse en la presente invención.

En la etapa (3), la cantidad del primer alcohol es preferentemente de 1 a 10.000 veces, más preferentemente de 2 a 100 veces, tan grande como la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad del compuesto organometálico utilizado en la etapa (1).

La temperatura para la reacción en la etapa (3) varía dependiendo del tipo del alcohol utilizado en la etapa (3); sin embargo, la reacción en la etapa (3) se realiza generalmente a de temperatura ambiente (20°C) hasta 300°C.

La eliminación del agua en la etapa (3) puede realizarse mediante cualquier método de deshidratación convencional que se emplea generalmente en la técnica. La eliminación de agua puede realizarse mediante, por ejemplo, la utilización de una columna de deshidratación rellena de un agente deshidratante sólido (por ejemplo, tamices moleculares), destilación, o separación por membrana. Sin embargo, cuando se pretende obtener una gran cantidad de un compuesto organometálico en un periodo de tiempo corto, es preferente que la eliminación de agua se realice mediante destilación (la utilización de un agente deshidratante sólido tiene una desventaja de que la regeneración de un agente deshidratante sólido es pesada). La destilación puede realizarse mediante cualquier método de destilación convencional, tal como una destilación a presión atmosférica, una destilación a presión reducida, una destilación a presión superatmosférica, destilación en película fina o destilación extractiva. La destilación puede realizarse a una temperatura de -20°C hasta el punto de ebullición del primer alcohol utilizado en la etapa (3), preferentemente de 50°C hasta el punto de ebullición del primer alcohol. Huelga decir que, cuando se utiliza un aparato resistente a la presión para la destilación, la destilación puede realizarse a alta temperatura a la presión de vapor del primer alcohol según lo medido a la alta temperatura empleada o a una presión superatmosférica que se consigue mediante la introducción de un gas inerte en el aparato resistente a la presión. Cuando la destilación que utiliza un aparato resistente a la presión se realiza a una presión superatmosférica tal como se ha mencionado anteriormente, la temperatura de destilación es desde el punto de ebullición del primer alcohol según lo medido a presión atmosférica hasta el punto de ebullición del primer alcohol según lo medido a la presión superatmosférica mencionada anteriormente. Tal como se menciona más adelante, para realizar la destilación eficazmente, puede utilizarse una sustancia (por ejemplo, el disolvente que se menciona más adelante que forma una mezcla azeotrópica con agua). Cuando un alcohol que tiene un punto de ebullición superior al del agua se utiliza como primer alcohol, puede eliminarse el agua extrayendo el agua por destilación. Cuando la eliminación de agua se realiza mediante separación por membrana, para eliminar eficazmente el agua, es preferente que la eliminación de agua se realice mediante pervaporación.

Cuando la eliminación de agua en la etapa (3) se realiza mediante destilación, la temperatura de destilación no está particularmente limitada, siempre que la temperatura de destilación sea igual a o inferior al punto de ebullición del primer alcohol y sea una temperatura a la que el agua tiene una presión de vapor. Cuando se pretende completar la destilación en un corto periodo de tiempo, es preferente que la destilación se realice a la temperatura azeotrópica de una mezcla de agua y el primer alcohol. Cuando el agua y el primer alcohol no forman una mezcla azeotrópica, es preferente que la destilación se realice en el punto de ebullición del agua.

Además, incluso cuando el primer alcohol no forma una mezcla azeotrópica con agua, el agua puede eliminarse mediante una destilación azeotrópica en la que se utiliza un disolvente que forma una mezcla azeotrópica con agua. Este método es preferente dado que el agua puede eliminarse a una temperatura relativamente baja. Los ejemplos de disolventes que forman una mezcla azeotrópica con agua incluyen hidrocarburos insaturados y saturados, tales como hexano, benceno, tolueno, xileno y naftaleno; éteres, tales como anisol y 1,4-dioxano; hidrocarburos hidrogenados, tales como cloroformo.

Desde el punto de vista de facilitar la separación de agua de la mezcla azeotrópica después de la destilación azeotrópica, es preferente utilizar, como disolvente mencionado anteriormente utilizado para formar una mezcla azeotrópica, un hidrocarburo insaturado o saturado en el que el agua tiene una baja solubilidad. Cuando se utiliza dicho disolvente, es necesario utilizar el disolvente en una cantidad tal que el agua pueda eliminarse de forma

satisfactoria mediante destilación azeotrópica. Es preferente utilizar una columna de destilación para la destilación azeotrópica, dado que el disolvente puede reciclarse al sistema de reacción después de separar el disolvente de la mezcla azeotrópica en la columna de destilación y, por lo tanto, la destilación azeotrópica puede realizarse utilizando solamente una cantidad relativamente pequeña del disolvente.

Si se desea, la reacción en la etapa (3) puede realizarse en presencia de un gas inerte. Al introducir un gas inerte en el recipiente de reacción utilizado en la etapa (3), se vuelve posible eliminar el agua presente en la fase de vapor del recipiente de reacción, de modo que, a veces, puede promoverse la reacción en la etapa (3). Con respecto al gas inerte, no existe ninguna limitación particular siempre que el gas inerte no afecte de forma adversa a la reacción en la etapa (3). Los ejemplos de dichos gases inertes incluyen nitrógeno, argón y helio. En lugar del gas inerte, puede utilizarse el disolvente orgánico mencionado anteriormente que forma una mezcla azeotrópica con agua, en forma gaseosa.

Además, en lugar del gas inerte, también puede utilizarse dióxido de carbono. El dióxido de carbono no es un gas inerte. Sin embargo, puede utilizarse dióxido de carbono en la etapa (3) dado que el dióxido de carbono no tiene ningún efecto adverso. Además, cuando se utiliza dióxido de carbono en la etapa (3), a veces es posible que el compuesto organometálico formado mediante la reacción entre el líquido residual y el primer alcohol se haga reaccionar con el dióxido de carbono para formar un carbonato de dialquilo. Análogamente, un alcohol que es igual que el primer alcohol utilizado para la reacción en la etapa (3) puede introducirse en forma gaseosa, dado que el alcohol en forma gaseosa no afecta de forma adversa a la reacción en la etapa (3). El gas inerte puede introducirse en el recipiente de reacción utilizado en la etapa (3) a partir de cualquier parte del mismo; sin embargo es preferente que el gas inerte se introduzca en la fase líquida en el recipiente de reacción a partir de la parte inferior del mismo. La cantidad del gas inerte introducido en el recipiente de reacción puede determinarse apropiadamente, dependiendo de la forma del recipiente de reacción y de las condiciones de la reacción para la reacción en la etapa (3).

Con respecto al tipo del recipiente de reacción utilizado en la etapa (3), no existe ninguna limitación particular, y puede utilizarse cualquier recipiente de reacción convencional. Es preferente utilizar un recipiente de reacción en el que el área de la interfaz de fase de vapor/fase líquida del líquido residual es grande. También es preferente utilizar, como recipiente de reacción, un recipiente de agitación que tiene un deflector, o una columna de burbujeo.

Mediante la reacción en la etapa (3) (es decir, reacción entre el primer alcohol y el líquido residual que contiene un componente que contiene metal), se forman, como mínimo, un compuesto organometálico y agua. Este compuesto organometálico está generalmente constituido por, como mínimo, un compuesto organometálico seleccionado entre el grupo que comprende los compuestos organometálicos representado mediante las fórmulas (1) y (2).

Cuando se confirma que la formación de agua casi se ha detenido, puede detenerse la etapa (3). Cuando la mezcla de reacción (obtenida en la etapa (3)) que contiene un compuesto organometálico y agua se recicla a la etapa (1), la presencia de una gran cantidad de agua en la mezcla de reacción causa inevitablemente que se rebaje el rendimiento de un carbonato de dialquilo en la etapa (1). Por lo tanto, es preferente que el agua en la mezcla de reacción obtenida en la etapa (3) se elimine en la medida de lo posible.

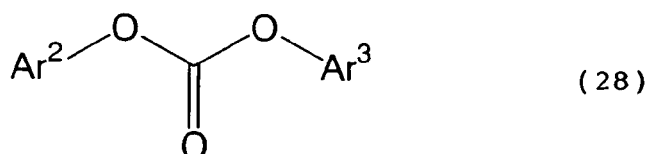
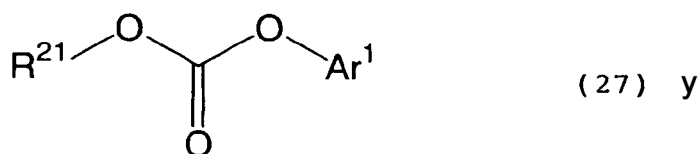
Generalmente, la cantidad de agua eliminada en la etapa (3) está en el intervalo de 0,01 a 1 vez la cantidad de agua producida mediante la reacción en la etapa (3), en la que la cantidad del agua producida se calcula teóricamente en base a la suposición de que solamente un compuesto organometálico (por ejemplo, un alcóxido metálico o un aralcóxido metálico) representado mediante la fórmula mencionada anteriormente (1) se produce mediante la reacción en la etapa (3).

Si se desea, el compuesto organometálico contenido en la mezcla de reacción una vez completada la etapa (3) se recupera para su utilización en la etapa (1).

Cuando, en la etapa (3), el compuesto organometálico (por ejemplo, un alcóxido metálico o un aralcóxido metálico) se obtiene en forma sólida, la eliminación de una cantidad en exceso del primer alcohol puede realizarse mediante filtración (en la que el primer alcohol se elimina como filtrado). Por otro lado, cuando el compuesto organometálico se obtiene en forma líquida, la eliminación de una cantidad en exceso del primer alcohol puede realizarse mediante una destilación a presión reducida, o mediante un método en el que un gas inerte, tal como nitrógeno, se introduce en el recipiente de reacción utilizado en la etapa (3) para eliminar como mínimo una parte del primer alcohol presente en forma de vapor. Cuando la eliminación de una cantidad en exceso del primer alcohol se realiza mediante el método que utiliza un gas inerte, es necesario utilizar, como gas inerte, un gas secado de forma satisfactoria. En caso contrario, el compuesto organometálico (por ejemplo, un alcóxido metálico o un aralcóxido metálico) se hidroliza inevitablemente en presencia de agua contenida en el gas inerte para formar, de este modo, un óxido metálico y un alcohol. Por lo tanto, la cantidad del compuesto organometálico que puede reciclarse a la etapa (1) se rebaja forma inevitable marcadamente, rebajando de este modo en gran medida el rendimiento de un dialquilo obtenido en la etapa (1) en el caso en el que la mezcla de reacción obtenida en la etapa (3) se recicla a la etapa (1).

Al reciclar el compuesto organometálico, que tiene el agua eliminada del mismo, a la etapa (1), el compuesto organometálico puede enfriarse o calentarse antes de su reciclado a la etapa (1). El reciclado del compuesto organometálico puede realizarse de manera continua o discontinua. Si se desea, además del compuesto organometálico recuperado en la etapa (3), puede utilizarse un compuesto organometálico recién preparado.

En la etapa (4), el carbonato de dialquilo separado en la etapa (2) se hace reaccionar con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático. Específicamente, en la etapa (4), el carbonato de dialquilo (representado mediante la fórmula (24) anterior) separado en la etapa (2) se utiliza como material de partida, y se hace reaccionar con un compuesto hidroxiaromático (por ejemplo, un compuesto hidroxiaromático representado mediante la fórmula (3) anterior) como reactivo para obtener, de este modo, un carbonato aromático. En general, el carbonato aromático obtenido en la etapa (4) comprende, como mínimo, un carbonato aromático seleccionado entre el grupo que comprende un carbonato de alquilarilo representado mediante la fórmula (27) más adelante y un carbonato de diarilo representado mediante la fórmula (28) más adelante. Cada uno del carbonato de alquilarilo de fórmula (27) y el carbonato de diarilo de fórmula (28) puede obtenerse en forma de una mezcla de dos o más carbonatos aromáticos diferentes.



en las que R^{21} representa el mismo grupo alquilo que el grupo alquilo R^{15} o R^{16} contenido en el carbonato de dialquilo de fórmula (24) anterior utilizado como material de partida, y cada uno de Ar^1 , Ar^2 y Ar^3 representa el mismo grupo aromático (tal como el grupo R en la fórmula (3) anterior) contenido en el compuesto hidroxiaromático utilizado como reactivo.

Los ejemplos de carbonatos de alquilarilo representados mediante la fórmula (27) anterior incluyen carbonato de metilfenilo, carbonato de etilfenilo, carbonato de propilfenilo (y sus isómeros), carbonato de alilfenilo, carbonato de butilfenilo (y sus isómeros), carbonato de pentilfenilo (y sus isómeros), carbonato de hexilfenilo (y sus isómeros), carbonato de heptilfenilo (y sus isómeros), carbonato de octilfenilo (y sus isómeros), carbonato de nonilfenilo (y sus isómeros), carbonato de decilfenilo (y sus isómeros), carbonato de metiltolilo (y sus isómeros), carbonato de etiltolilo (y sus isómeros), carbonato de propiltolilo (y sus isómeros), carbonato de butiltolilo (y sus isómeros), carbonato de aliltolilo (y sus isómeros), carbonato de metilxililo (y sus isómeros), carbonato de metiltrimetilfenilo (y sus isómeros), carbonato de metilclorofenilo (y sus isómeros), carbonato de metilnitrofenilo (y sus isómeros), carbonato de metilmetoxifenilo (y sus isómeros), carbonato de metilcumilo (y sus isómeros), carbonato de metilnaftilo (y sus isómeros), carbonato de metilpiridilo (y sus isómeros), carbonato de etilcumilo (y sus isómeros), carbonato de metilbenzoilfenilo (y sus isómeros), carbonato de etilxililo (y sus isómeros) y carbonato de bencilxililo.

Los ejemplos de carbonatos de diarilo representados mediante la fórmula (28) anterior incluyen carbonato de difenilo, carbonato de ditolilo (y sus isómeros), carbonato de dixililo (y sus isómeros), carbonato de toliifenilo (y sus isómeros), carbonato de xililfenilo (y sus isómeros), carbonato de xililtolilo (y sus isómeros), carbonato de dinaftilo, carbonato de dietilfenilo (y sus isómeros), carbonato de di(propilfenilo) (y sus isómeros), carbonato de di(butilfenilo), carbonato de di(trimetilfenilo) (y sus isómeros), carbonato de di(metoxifenilo) (y sus isómeros), carbonato de di(clorofenilo) (y sus isómeros) y carbonato de di(nitrofenilo).

Con respecto a un método para producir un carbonato de alquilarilo y/o un carbonato de diarilo a partir de un carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxiaromático, se han conocido una serie de métodos convencionales. En la presente invención, la producción de un carbonato de alquilarilo y/o un carbonato de diarilo puede realizarse mediante cualquiera de dichos métodos convencionales.

En la presente invención, la reacción de la fórmula (9) anterior realizada en la etapa (4) es una reacción de transesterificación entre un carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxiaromático. Esta reacción es una reacción en equilibrio y, por lo tanto, para hacer avanzar a la reacción (es decir, desplazar el equilibrio de la reacción en la dirección de la formación del producto deseado), es preferente que la reacción se realice mientras se extrae un

alcohol subproducido del sistema de reacción. Desde el punto de vista de extraer eficazmente el alcohol subproducido, es preferente que el compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4) tenga un punto de ebullición superior al del alcohol (es decir, primer alcohol) utilizado en la etapa (3). Especialmente, cuando el ciclo de etapas (1) a (4) se repite, como mínimo, una vez (es decir, un ciclo de etapas (1) a (4) se realiza, como mínimo, dos veces), es preferente que cada uno del primer alcohol (que se utiliza en la etapa (3)) y el segundo alcohol (que se utiliza en la etapa (2)) tenga un punto de ebullición inferior al del compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4). Específicamente, es preferente que cada uno del primer alcohol y el segundo alcohol tenga un punto de ebullición que sea, como mínimo, 2°C inferior al del compuesto hidroxiaromático. Además, desde el punto de vista de facilidad de la extracción del alcohol subproducido en la etapa (4), es más preferente que cada uno del primer alcohol y el segundo alcohol tenga un punto de ebullición que sea, como mínimo, 10°C inferior al del compuesto hidroxiaromático.

Con respecto al primer alcohol utilizado en la etapa (3), es preferente que el punto de ebullición del primer alcohol sea superior al del agua. Entre dichos alcoholes que tienen un punto de ebullición superior al del agua, son preferentes 1-butanol, 2-metil-1-propanol, alcoholes alquílicos que tienen un grupo alquilo C₅-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, alcoholes alquénílicos que tienen un grupo alqueno C₄-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, alcoholes cicloalquílicos y alcoholes aralquílicos. Además, desde el punto de vista de extraer el alcohol subproducido del recipiente de reacción en la etapa (4) para hacer avanzar, de este modo, a la reacción en la etapa (4), es más preferente que el punto de ebullición del primer alcohol utilizado en la etapa (3) sea inferior al del compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4). En la etapa (4), el alcohol subproducido se extrae del recipiente de reacción en forma gaseosa, y el carbonato de alquilarilo y/o carbonato de diarilo producido se extrae del recipiente de reacción en forma líquida. Por lo tanto, es preferente que el carbonato de dialquilo utilizado en la etapa (4) sea un éster obtenido a partir de un alcohol que tiene un punto de ebullición superior al del agua pero inferior al del compuesto hidroxiaromático, y que el carbonato de dialquilo tenga un punto de ebullición menor que los del carbonato de dialquilo y el carbonato de diarilo.

Con respecto a los alcoholes mencionados anteriormente, carbonato de dialquilo y compuesto hidroxiaromático, es lo más preferente que todo el primer alcohol, el segundo alcohol, los alcoholes correspondientes a los grupos alcoxi del compuesto organometálico (que tiene un enlace metal-carbono-oxígeno) representado mediante la fórmula (1) o (2) anterior, y los alcoholes correspondientes a los grupos alcoxi del carbonato de dialquilo sean alcoholes primarios seleccionados entre el grupo que comprende 1-butanol, 2-metil-1-propanol, pentanol (y sus isómeros) y hexanol, (y sus isómeros); y que el compuesto hidroxiaromático se seleccione entre el grupo que comprende fenol y cresol.

En la etapa (4), es preferente que el compuesto hidroxiaromático se utilice en una cantidad que es de 0,1 a 10.000 veces la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad del carbonato de dialquilo. Cuanto mayor sea la cantidad del compuesto hidroxiaromático utilizado, mayor será cantidad de un carbonato aromático producido. Sin embargo, cuando la cantidad del compuesto hidroxiaromático es demasiado grande, se hace necesario utilizar un gran recipiente de reacción. Además, dado que la mayoría de las reacciones que se producen en la etapa (4) son reacciones en equilibrio (véase, por ejemplo, la fórmula (9) anterior), la utilización de una cantidad demasiado grande del compuesto dihidroxiaromático es desfavorable en que, para recuperar el carbonato aromático producido, se hace necesaria la utilización de una gran columna de destilación. Por lo tanto, en la etapa (4), la cantidad del compuesto hidroxiaromático es más preferentemente de 0,5 a 100 veces, de la forma más preferente de 0,5 a 10 veces, tan grande como la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad del carbonato de dialquilo.

En la etapa (4), el carbonato de dialquilo y el compuesto hidroxiaromático se introducen en el recipiente de reacción. Si se desea, también puede utilizarse un catalizador. Una impureza puede estar presente en el sistema de reacción de la etapa (4), siempre que la impureza no afecte de forma adversa a las reacciones en la etapa (4).

Cada uno del carbonato de dialquilo y el compuesto hidroxiaromático que se utilizan como materias primas en la etapa (4) puede contener un alcohol, un carbonato de alquilarilo y un carbonato de diarilo, que son productos formados en la etapa (4). Sin embargo, la reacción para producir un carbonato de alquilarilo a partir del carbonato de dialquilo y el compuesto hidroxiaromático es una reacción en equilibrio (es decir, reacción reversible) (véase la fórmula (9) anterior), de modo que, cuando las cantidades de los productos mencionados anteriormente en las materias primas son grandes, existe un riesgo de que las conversiones de las materias primas se rebajen. La relación de cantidad del compuesto hidroxiaromático con respecto al carbonato de dialquilo varía dependiendo del tipo y la cantidad de un catalizador utilizado y de las condiciones de la reacción; sin embargo, la relación de cantidad es preferentemente de 0,01 a 1.000, en términos de la relación molar del compuesto hidroxiaromático con respecto al carbonato de dialquilo. Como método para añadir un catalizador, puede utilizarse preferentemente un método convencional. Cuando la producción del carbonato aromático se realiza repitiendo un ciclo de etapas (1) a (4) o un ciclo de etapas (1) a (5), un catalizador utilizado en la etapa (4) puede reciclarse. En este caso, una cantidad complementaria de un catalizador recién preparado puede añadirse en la etapa (4).

El tiempo para la reacción en la etapa (4) varía dependiendo de las condiciones de la reacción y del tipo y la estructura interna del recipiente de reacción. Sin embargo, el tiempo de reacción es generalmente de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas, más preferentemente de 0,05 a 5 horas. La temperatura de reacción (es decir, la temperatura en el recipiente de reacción) varía dependiendo de los tipos del carbonato de dialquilo y el

compuesto hidroxiaromático utilizados como materias primas. Sin embargo, la temperatura de reacción es generalmente de 50 a 350°C, preferentemente de 100 a 280°C. La presión de reacción puede ser presión reducida, presión atmosférica o presión superatmosférica, dependiendo de los tipos del carbonato de dialquilo y del compuesto hidroxiaromático utilizados como materias primas y la temperatura de reacción. Sin embargo, la presión de reacción es generalmente de 10 Pa a 20 MPa.

En la etapa (4), no es necesario utilizar un disolvente. Sin embargo, para facilitar las operaciones en la etapa (4), puede utilizarse un disolvente inerte. Los ejemplos de disolventes inertes incluyen éteres, hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos, hidrocarburos alifáticos halogenados e hidrocarburos aromáticos halogenados. Además, la reacción en la etapa (4) puede realizarse en presencia de un gas inerte para la reacción en la etapa (4). Los ejemplos de dichos gases inertes incluyen nitrógeno, helio, argón, y compuestos orgánicos de bajo punto de ebullición, gasificados que son inertes para la reacción en la etapa (4). Cuando la etapa (4) se realiza utilizando una columna de destilación continua de fases múltiples, con el fin de promover la eliminación de un subproducto de bajo punto de ebullición mediante destilación, el gas inerte o compuesto orgánico de bajo punto de ebullición, gasificado mencionado anteriormente puede introducirse en la columna de destilación a partir de la parte inferior de la misma.

Una vez completada la etapa (4), el carbonato aromático se separa del carbonato de dialquilo, el compuesto hidroxiaromático, el alcohol subproducido y el catalizador, si hubiera alguno, mediante un método convencional para recuperar, de este modo, el carbonato aromático (tal como se ha mencionado anteriormente, un catalizador puede utilizarse en la etapa (4)). Cada una de las reacciones de fórmulas (9) y (10) anteriores realizadas en la etapa (4) es una reacción de transesterificación. Mediante estas reacciones de transesterificación, se obtienen un carbonato de alquilarilo y un carbonato de diarilo a partir de un carbonato de dialquilo. Sin embargo, con respecto a cada una de las reacciones de transesterificación de fórmulas (9) y (10), el equilibrio de la reacción está desplazado en la dirección del sistema original y la velocidad de la reacción es baja. Por lo tanto, para mejorar el método para producir un carbonato aromático que utiliza las reacciones de transesterificación mencionadas anteriormente, se han propuesto varios métodos. Dichos métodos mejorados pueden utilizarse preferentemente en la presente invención.

Con respecto al catalizador de la reacción de transesterificación (es decir, catalizador para promover las reacciones de transesterificación de fórmulas (9) y (10) anteriores), la cantidad del mismo varía dependiendo del tipo del catalizador, el tipo del recipiente de reacción, los tipos y cantidades del carbonato de dialquilo y el compuesto hidroxiaromático, y las condiciones de la reacción (tales como la temperatura de reacción y la presión de reacción). Sin embargo, la cantidad del catalizador de la reacción de transesterificación es generalmente del 0,0001 al 50% en peso, en base al peso total del carbonato de dialquilo y el compuesto hidroxiaromático utilizados como materias primas. Cuando el catalizador de la reacción de transesterificación se utiliza en forma sólida, es preferente que la cantidad del catalizador sea del 0,01 al 75% en volumen, en base al volumen interno del recipiente de reacción vacío.

Como catalizador de la reacción de transesterificación, se conocen convencionalmente una serie de catalizadores que contienen metal. Cualquiera de dichos catalizadores convencionales para la reacción de transesterificación puede utilizarse en la presente invención. Los ejemplos de catalizadores de la reacción de transesterificación incluyen ácidos de Lewis (tales como haluros de metales de transición) y compuestos que generan ácidos de Lewis (véase las memorias descriptivas abiertas a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 51-105032, Sho 56-123948 y Sho 56-123949 (correspondientes a la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente de Alemania Occidental no examinada No. 2528412, patente del Reino Unido No. 1499530 y patente de Estados Unidos No. 4.182.726)); compuestos de estaño, tales como alcóxidos de organoestaño y óxidos de organoestaño (véase las memorias descriptivas abiertas a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 54-48733 (correspondiente a la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente de Alemania Occidental no examinada No. 2736062), Sho 54-63023, Sho 60-169444 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.554.110), Sho 60-169445 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.552.704), Sho 62-277345 y Hei 1-265063)); sales y alcóxidos de un metal alcalino o metal alcalinotérreo (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 57-176932); compuestos de plomo (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 57-176932); complejos de un metal, tal como cobre, hierro o zirconio (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 57-183745); ésteres titánicos (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 58-185536 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.410.464)), mezclas de un ácido de Lewis y un ácido protónico (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 60-173016 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.609.501)); compuestos de Sc, Mo, Mn, Bi o Te (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 1-265064); acetato férrico (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 61-172852); y compuestos de itrio y compuestos de talio, que se utilizan para producir un carbonato aromático con una alta velocidad y un alto rendimiento (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 5-331108).

Un catalizador de la reacción de desproporción (es decir, catalizador para promover la reacción de la fórmula (11)

anterior) puede utilizarse en combinación con un catalizador de la reacción de transesterificación. También se conocen una serie de catalizadores de la reacción de desproporción. Los ejemplos de catalizadores de la reacción de desproporción incluyen ácidos de Lewis y compuestos de metales de transición que generan ácidos de Lewis (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 51-75044 (correspondiente a la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente de Alemania Occidental no examinada No. 2552907 y la patente de Estados Unidos No. 4.045.464)); compuestos de estaño poliméricos (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 60-169444 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.554.110)); compuestos representados mediante la fórmula: $R-X(=O)OH$ en la que X es Sn o Ti y R es un grupo hidrocarburo monovalente (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 60-169445 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.552.704)); mezclas de un ácido de Lewis y un ácido protónico (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 60-173016 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.609.501)); compuestos de plomo (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 1-93560); compuestos de titanio o zirconio (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 1-265062); compuestos de estaño (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 1-265063); y compuestos de Sc, Mo, Mn, Bi o Te (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 1-265064).

Con respecto a la reacción realizada en la etapa (4) del método de la presente invención, se ha intentado modificar el modo de la reacción para desplazar el equilibrio de la reacción en la dirección de la formación del producto deseado todo lo posible, mejorando de este modo el rendimiento del carbonato aromático. Por ejemplo, se han propuesto un método en el que metanol subproducido mediante la reacción de carbonato de dimetilo con fenol se elimina mediante destilación en forma de una mezcla azeotrópica del mismo con un formador del azeotropo (véase las memorias descriptivas abiertas a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 54-48732 (correspondiente a la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente de Alemania Occidental no examinada No. 736063 y la patente de Estados Unidos No. 4.252.737) y Sho 61-291545); y un método en el que metanol subproducido mediante la reacción de carbonato de dimetilo con fenol se elimina mediante adsorción del mismo sobre tamices moleculares (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 58-185536 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.410.464)).

Además, también se ha propuesto un método en el que un alcohol subproducido mediante una reacción de transesterificación se elimina mediante destilación utilizando un recipiente de reacción que tiene unido a una parte superior del mismo una columna de destilación (véase los ejemplos de trabajo de la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 56-123948 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.182726), los ejemplos de trabajo de la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 56-25138, los ejemplos de trabajo de la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 60-169444 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.554.110), los ejemplos de trabajo de la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 60-169445 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.552.704), los ejemplos de trabajo de la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 60-173016 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.609.501), los ejemplos de trabajo de la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 61-172852, los ejemplos de trabajo de la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 61-291545, y los ejemplos de trabajo de la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 62-277345)).

Además, también se ha conocido un método en el que un carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxiaromático se introducen de forma continua en una columna de destilación de fases múltiples para realizar una reacción en la columna de destilación, en la que la reacción se realiza de forma continua mientras se extrae de forma continua una mezcla de bajo punto de ebullición que contiene el alcohol subproducido de una parte superior de la columna de destilación mediante destilación y se extrae de forma continua una mezcla de reacción que contiene el carbonato de alquilarilo producido de una parte inferior de la columna de destilación (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 3-291257). Mediante cualquiera de los métodos mencionados anteriormente, puede realizarse eficazmente una producción continua de un carbonato aromático.

Los ejemplos adicionales de métodos para producir de forma continua un carbonato aromático incluyen un método en el que se realiza una reacción de transesterificación en presencia de un catalizador en un recipiente de reacción de tipo columna (véase las memorias descriptivas abiertas a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 6-41022, Hei 6-157424 y Hei 6-184058); un método en el que una serie de recipientes de reacción están conectados en serie (memorias descriptivas abiertas a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 6-234707 y Hei 6-263694); un método que utiliza un recipiente de reacción con columna de burbujeo (memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no

examinada No. Hei 6-298700); y un método que utiliza un recipiente de reacción vertical (memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 6-345697).

En la producción a escala comercial de un carbonato aromático, también se ha intentado realizar la producción de forma estable durante un largo periodo de tiempo. Por ejemplo, en un intento de impedir el depósito de un catalizador en una columna de destilación, la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 6-157410 propone un método en el que, en la producción de un carbonato aromático a partir de un carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxiaromático utilizando un recipiente de reacción que tiene unido a él una columna de destilación, un alcohol alifático subproducido se extrae de la columna de destilación de modo que la concentración del alcohol alifático en la mezcla de reacción en la columna se suprime al 2% en peso o menos. Este documento de patente describe que el método mencionado anteriormente permite una práctica estable de una producción continua de un carbonato aromático. Además, en un intento de impedir el depósito de un catalizador en una columna de destilación con el fin de producir de forma estable un carbonato aromático durante un largo periodo de tiempo, la publicación anterior al examen de la solicitud de patente japonesa No. Hei 9-11049 da a conocer un método en el que la cantidad de un compuesto polihidroxiaromático en la mezcla de reacción que contiene un catalizador se suprime a 2 o menos, en términos de la relación en peso del compuesto polihidroxiaromático con respecto al metal contenido en el catalizador.

Se sabe que, en la producción de un carbonato aromático a partir de un carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxiaromático, se subproduce un compuesto que tiene un alto punto de ebullición. Por ejemplo, la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 61-172852 describe que, en la producción de carbonato de difenilo mediante la reacción de transesterificación de carbonato de dimetilo con fenol, se subproduce una impureza que tiene un punto de ebullición cercano al del carbonato de difenilo, y que la impureza se mezcla con el carbonato de difenilo producido, conduciendo de este modo a la decoloración del producto final (tal como un policarbonato) obtenido utilizando el carbonato de difenilo. Como ejemplo de la impureza que tiene un punto de ebullición cercano al de un carbonato de diarilo (por ejemplo, carbonato de difenilo), puede mencionarse un ariloxicarbonilhidroxiaeno, que es un isómero de un carbonato de diarilo y se forma mediante la redistribución de Fries de un carbonato de diarilo (dicho ejemplo de una impureza no se describe en la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 61-172852 mencionada anteriormente). Cuando se utiliza carbonato de difenilo como carbonato de diarilo, el ariloxicarbonilhidroxiaeno mencionado anteriormente es salicilato de fenilo, que tiene un alto punto de ebullición que es superior al del carbonato de difenilo en de 4 a 5°C. Cuando la reacción para producir un carbonato aromático a partir de un carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxiaromático se realiza durante un largo periodo de tiempo, el compuesto de alto punto de ebullición mencionado anteriormente se acumula gradualmente en el sistema de reacción, de modo que la cantidad del compuesto de alto punto de ebullición contenido en el carbonato aromático producido aumenta, rebajando de este modo la pureza del carbonato aromático. Además, a medida que la cantidad del compuesto de alto punto de ebullición contenido en la mezcla de reacción aumenta, el punto de ebullición de la mezcla de reacción se eleva, planteando de este modo un problema ya que la subproducción del compuesto de alto punto de ebullición se promueve adicionalmente.

Por otro lado, sin embargo, mediante un método descrito en la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 11-92429, puede producirse de forma estable un carbonato aromático de gran pureza sin necesidad de una gran cantidad del catalizador.

Los ejemplos específicos de catalizadores de la reacción de transesterificación incluyen los siguientes compuestos:

<compuestos de plomo> óxidos de plomo, tales como PbO, PbO₂ y Pb₃O₄; sulfuros de plomo, tales como PbS y Pb₂S; hidróxidos de plomo, tales como Pb(OH)₂ y Pb₂O₂(OH)₂; plumbitos, tales como Na₂PbO₂, K₂PbO₂, NaHPbO₂ y KHPbO₂; plumbatos, tales como Na₂PbO₃, Na₂H₂PbO₄, K₂PbO₃, K₂[Pb(OH)₆], K₄PbO₄, Ca₂PbO₄ y CaPbO₃; carbonatos de plomo y sales básicas de los mismos, tales como PbCO₃ y 2PbCO₃ · Pb(OH)₂; sales de plomo de ácidos orgánicos y sales básicas de sales de plomo de ácidos orgánicos, tales como Pb(OCOCH₃)₂, Pb(OCOCH₃)₄, Pb(OCOCH₃)₂ · PbO · 3H₂O; compuestos de organoplomo, tales como Bu₄Pb, Ph₄Pb, Bu₃PbCl, Ph₃PbBr, Ph₃Pb (o Ph₆Pb₂), Bu₃PbOH y Ph₃PbO (en los que Bu representa un grupo butilo y Ph representa un grupo fenilo); alcóxidos de plomo y arilóxidos de plomo, tales como Pb(OCH₃)₂, (CH₃O)Pb(OPh) y Pb(OPh)₂; aleaciones de plomo, tales como Pb-Na, Pb-Ca, Pb-Ba, Pb-Sn y Pb-Sb; minerales de plomo, tales como mezclas de galena y zinc; y productos de hidratación de estos compuestos de plomo;

<compuestos de metales de la familia del cobre> sales y complejos de metales de la familia del cobre, tales como CuCl, CuCl₂, CuBr, CuBr₂, CuI, CuI₂, Cu(OAc)₂, Cu(acac)₂, oleato de cobre, Bu₂Cu, (CH₃O)₂Cu, AgNO₃, AgBr, picrato de plata, AgC₆H₆ClO₄, Ag(bulvaleno)₃NO₃, [AuC≡C-C(CH₃)₃]_n y [Cu(C₇H₈)Cl]₄ (en las que "acac" representa un ligando de quelado de acetilacetona);

<complejos de metales alcalinos> complejos de metales alcalinos, tales como Li(acac) y LiN(C₄H₉)₂;

<complejos de zinc> complejos de zinc, tales como Zn(acac)₂;

<complejos de cadmio> complejos de cadmio, tales como $\text{Cd}(\text{acac})_2$;

<compuestos de metales de la familia del hierro> complejos de metales de la familia del hierro, tales como $\text{Fe}(\text{C}_{10}\text{H}_8)(\text{CO})_5$, $\text{Fe}(\text{CO})_5$, $\text{Fe}(\text{C}_4\text{H}_6)(\text{CO})_3$, $\text{Co}(\text{mesitileno})_2(\text{PET}_2\text{Ph})_2$, $\text{CoC}_5\text{F}_5(\text{CO})_7$, $\text{Ni}-\pi\text{-C}_5\text{H}_5\text{NO}$ y ferroceno;

<complejos de zirconio> complejos de zirconio, tales como $\text{Zr}(\text{acac})_4$ y zirconoceno;

<compuestos de ácido de Lewis> compuestos de ácidos de Lewis y metales de transición que generan ácidos de Lewis, tales como AlX_3 , TiX_3 , TiX_4 , VOX_3 , VX_5 , ZnX_2 , FeX_3 y SnX_4 (en los que X representa un átomo de halógeno, un grupo acetoxi, un grupo alcoxi o un grupo ariloxi); y

<compuestos de organoestaño> compuestos de organoestaño, tales como $(\text{CH}_3)_3\text{SnOCOCH}_3$, $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{SnOCOC}_6\text{H}_5$, $\text{Bu}_3\text{SnOCOCH}_3$, $\text{Ph}_3\text{SnOCOCH}_3$, $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OCOCH}_3)_2$, $\text{BU}_2\text{Sn}(\text{OCOC}_{11}\text{H}_{23})_2$, $\text{Ph}_3\text{SnOCH}_3$, $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{SnOPh}$, $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OCH}_3)_2$, $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$, $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OPh})_2$, $\text{Ph}_2\text{Sn}(\text{OCH}_3)_2$, $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{SnOH}$, Ph_3SnOH , Bu_2SnO , $(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{SnO}$, Bu_2SnCl_2 y $\text{BuSnO}(\text{OH})$.

Huelga decir que cada uno de los catalizadores de la reacción de transesterificación mencionados anteriormente puede utilizarse en forma de un producto de reacción de los mismos con un compuesto orgánico que está presente en el sistema de reacción, tal como un alcohol, un compuesto hidroxiaromático, un carbonato de alquilarilo, un carbonato de diarilo o un carbonato de dialquilo. Además, cada uno de los catalizadores de la reacción de transesterificación mencionados anteriormente puede, antes de la utilización del mismo, someterse a un tratamiento térmico con una materia prima utilizada en la etapa (4) o con un producto en la etapa (4).

Es preferente que el catalizador de la reacción de transesterificación tenga una alta solubilidad en la mezcla de reacción en las condiciones de la reacción. Los ejemplos preferentes de catalizadores de la reacción de transesterificación incluyen PbO , $\text{Pb}(\text{OH})_2$ y $\text{Pb}(\text{OPh})_2$; TiCl_4 y $\text{Ti}(\text{OPh})_4$; SnCl_4 y $\text{Sn}(\text{OPh})_4$; Bu_2SnO y $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OPh})_2$; FeCl_3 , $\text{Fe}(\text{OH})_3$ y $\text{Fe}(\text{OPh})_3$; y compuestos obtenidos tratando a los compuestos mencionados anteriormente con fenol o la mezcla de reacción.

Tal como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (4), se produce un carbonato aromático mediante la reacción de transesterificación (reacción en equilibrio) de un carbonato de dialquilo con un compuesto hidroxiaromático. Para aumentar la cantidad de un carbonato aromático producido, es preferente que la reacción se realice mientras se extrae un alcohol subproducido del sistema de reacción. Además, la reacción de desproporción de un carbonato de alquilarilo (en la que se produce la reacción de un carbonato de diarilo y carbonato de dialquilo) es también una reacción en equilibrio (véase la fórmula (11) anterior). Por lo tanto, cuando se pretende aumentar la cantidad de un carbonato de diarilo entre los carbonatos aromáticos producidos, es preferente emplear un método en el que la reacción de desproporción se realiza mientras se extrae uno del carbonato de dialquilo y el carbonato de diarilo (producidos cada uno mediante la reacción de desproporción) del sistema de reacción.

En la etapa (4), es preferente que los grupos alquilo del carbonato de dialquilo producido y los grupos arilo de los carbonatos aromáticos producidos se seleccionen de modo que el carbonato de dialquilo tenga un punto de ebullición inferior que los de los carbonatos aromáticos, y también es preferente que la reacción se realice mientras se extrae el carbonato de dialquilo producido del sistema de reacción.

Tal como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (4), la reacción puede realizarse en presencia no solamente de un catalizador de la reacción de transesterificación sino también de un catalizador de la reacción de desproporción (catalizador para promover la reacción de la fórmula (11) anterior). Los ejemplos de catalizadores de la reacción de desproporción incluyen ácidos de Lewis y compuestos de metales de transición que generan ácidos de Lewis (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 51-75044 (correspondiente a la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente de Alemania Occidental no examinada No. 2552907 y la patente de Estados Unidos No. 4.045.464)); compuestos de estaño poliméricos (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 60-169444 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.554.110)); compuestos representados mediante la fórmula: R-X(=O)OH (en la que X es Sn o Ti y R es un grupo hidrocarburo monovalente) (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 60-169445 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.552.704)); mezclas de un ácido de Lewis y un ácido protónico (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Sho 60-173016 (correspondiente a la patente de Estados Unidos No. 4.609.501)); compuestos de plomo (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 1-93560); compuestos de titanio o zirconio (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 1-265062); compuestos de estaño (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 1-265063); y compuestos de Sc, Mo, Mn, Bi o Te (véase la memoria descriptiva abierta a inspección pública de solicitud de patente japonesa no examinada No. Hei 1-265064).

Los ejemplos específicos de catalizadores de la reacción de desproporción incluyen los mismos catalizadores que se

han enumerado anteriormente como ejemplos específicos de catalizadores de la reacción de transesterificación.

Huelga decir que cada uno de los catalizadores de la reacción de desproporción mencionados anteriormente puede utilizarse en forma de un producto de reacción del mismo con un compuesto orgánico que está presente en el sistema de reacción, tal como un alcohol, un compuesto hidroxiaromático, un carbonato de alquilarilo, un carbonato de diarilo o un carbonato de dialquilo. Además, cada uno de los catalizadores de la reacción de desproporción mencionados anteriormente puede someterse, antes de su utilización, a un tratamiento térmico con una materia prima utilizada en la etapa (4) o con un producto en la etapa (4).

Es preferente que el catalizador de la reacción de desproporción tenga una alta solubilidad en la mezcla de reacción en las condiciones de la reacción. Los ejemplos preferentes de catalizadores de la reacción de desproporción incluyen los mismos catalizadores que se enumeraron anteriormente como ejemplos preferentes de catalizadores de la reacción de transesterificación.

Una vez completada la etapa (4), el carbonato o carbonatos aromáticos se separan del catalizador o catalizadores, el compuesto hidroxiaromático y el alcohol mediante un método convencional para recuperar, de este modo, el carbonato o carbonatos aromáticos.

Con respecto al tipo del recipiente de reacción utilizado en la etapa (4), no existe ninguna limitación particular, y puede utilizarse cualquier recipiente de reacción convencional. Los ejemplos de recipientes de reacción convencionales incluyen un recipiente de agitación, un recipiente de agitación de fases múltiples y una columna de destilación continua de fases múltiples. Estos recipientes de reacción pueden utilizarse individualmente o en combinación. Utilizando, como mínimo, uno de los recipientes de reacción mencionados anteriormente, la etapa (4) puede realizarse de manera discontinua o continua. Desde el punto de vista de desplazar eficazmente el equilibrio de la reacción en la dirección de la formación del producto deseado, es preferente utilizar una columna de destilación de fases múltiples. Es más preferente que la etapa (4) se realice de forma continua utilizando una columna de destilación de fases múltiples.

Con respecto a la columna de destilación de fases múltiples, no existe ninguna limitación particular siempre que ésta sea una columna de destilación que tiene dos o más fases teóricas y que sea capaz de realizar una destilación continua. Como dicha columna de destilación de fases múltiples, puede utilizarse cualquier columna de destilación de fases múltiples convencional que se utilice generalmente en la técnica. Los ejemplos de dichas columnas de destilación de fases múltiples incluyen columnas de tipo placa que utilizan un bandeja, tal como una bandeja de burbujeo, una bandeja de tamiz, una bandeja de válvula o una bandeja de flujo inverso; y columnas de tipo rellenas, rellenas de uno de diversos rellenos, tales como un anillo Raschig, un anillo Lessing, un anillo Pall, una silla Berl, una silla Interlox, un relleno Dixon, un relleno McMahon, un Heli pack, un relleno Sulzer y Mellapak. Además, también puede utilizarse preferentemente un tipo mixto de columna de placa y columna rellena, que comprende tanto una parte de placa como una parte rellena de rellenos.

Cuando, en la etapa (4), la producción de un carbonato aromático a partir de un carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxiaromático se realiza de forma continua utilizando una columna de destilación de fases múltiples, la producción se realiza, por ejemplo, de la siguiente manera. Un carbonato de dialquilo como material de partida y un compuesto hidroxiaromático como reactivo se introducen de forma continua en una columna de destilación de fases múltiples para realizar una reacción de transesterificación entre ellos en una fase líquida o una fase gaseosa-líquida en presencia de un catalizador que contiene metal, produciendo de este modo un carbonato aromático y subproduciendo un alcohol, en el que una mezcla de alto punto de ebullición que contiene el carbonato aromático producido se extrae en forma líquida de una parte inferior de la columna de destilación mientras se extrae de forma continua, mediante destilación, una mezcla de bajo punto de ebullición que contiene el subproducto alcohol en forma gaseosa de una parte superior de la columna de destilación.

En la etapa (5), el carbonato de alquilarilo obtenido en la etapa (4) se somete a una reacción de desproporción, produciendo de este modo un carbonato de dialquilo y un carbonato de diarilo (véase la fórmula (11) anterior). (Tal como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (4), no solamente las reacciones de transesterificación mencionadas anteriormente (véase las fórmulas (9) y (10) anteriores) sino también puede realizarse la reacción de desproporción, en presencia de un catalizador de la reacción de desproporción.) Cada una de las etapas (4) y (5) puede realizarse de manera continua o discontinua. Tal como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (4), un carbonato de diarilo se produce a veces junto con un carbonato de alquilarilo. Incluso en tal caso, la etapa (5) puede realizarse después de la etapa (4).

Tal como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (4), se produce un carbonato de alquilarilo mediante la reacción de transesterificación entre un carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxiaromático (esta reacción de transesterificación es una reacción en equilibrio). Para desplazar el equilibrio de la reacción de transesterificación en la dirección de la formación del producto deseado, es preferente realizar la reacción de transesterificación mientras se extrae un alcohol subproducido del sistema de reacción. La reacción de desproporción en la etapa (5) es también una reacción en equilibrio. Por lo tanto, para desplazar el equilibrio de la reacción de desproporción en la dirección de la formación del producto deseado, es preferente realizar la reacción de desproporción mientras se extrae uno del

carbonato de dialquilo y el carbonato de diarilo (que se producen en la reacción de desproporción) del sistema de reacción.

En la etapa (5), es preferente que los grupos alcoxi del carbonato de dialquilo producido y los grupos arilo del carbonato de diarilo producido se seleccionen de modo que el carbonato de dialquilo tenga un punto de ebullición inferior al del carbonato de diarilo, y también es preferente que la reacción de desproporción se realice mientras se extrae el carbonato de dialquilo producido del sistema de reacción. Es más preferente que el carbonato de dialquilo subproducido se extraiga en forma gaseosa mientras se extrae el carbonato de diarilo producido en forma líquida. El carbonato de dialquilo extraído puede reciclarse a la etapa (2). En algunos casos, se produce un carbonato de dialquilo en la etapa (4). También en este caso, el carbonato de dialquilo puede recuperarse y reciclarse a la etapa (4). Para aumentar la cantidad del carbonato de diarilo producido, es preferente que el carbonato de dialquilo extraído se recicle a la etapa (4).

En la etapa (5), la reacción puede realizarse en presencia de un catalizador de la reacción de desproporción. Los ejemplos de catalizadores de la reacción de desproporción utilizados en la etapa (5) incluyen los catalizadores de la reacción de desproporción ejemplificados anteriormente utilizados en la etapa (4).

Huelga decir que cada uno de los catalizadores de la reacción de desproporción mencionados anteriormente puede utilizarse en forma de un producto de reacción de los mismos con un compuesto orgánico que está presente en el sistema de reacción, tal como un alcohol, un compuesto hidroxiaromático, un carbonato de alquilarilo, un carbonato de diarilo o un carbonato de dialquilo. Además, cada uno de los catalizadores de la reacción de desproporción mencionados anteriormente puede, antes de su utilización en la etapa (5), someterse a un tratamiento térmico con una materia prima utilizada en la etapa (5) o con un producto en la etapa (5).

Como método para añadir un catalizador, puede utilizarse preferentemente cualquier método convencional. Cuando la etapa (5) se realiza después de la etapa (4), el catalizador (utilizado en la etapa (4)) como tal puede utilizarse en la etapa (5).

Los ejemplos de carbonatos de alquilarilo utilizados en la etapa (5) incluyen carbonato de metilfenilo, carbonato de etilfenilo, carbonato de propilfenilo (y sus isómeros), carbonato de alilfenilo, carbonato de butilfenilo (y sus isómeros), carbonato de pentilfenilo (y sus isómeros), carbonato de hexilfenilo (y sus isómeros), carbonato de heptilfenilo (y sus isómeros), carbonato de octilfenilo (y sus isómeros), carbonato de nonilfenilo (y sus isómeros), carbonato de decilfenilo (y sus isómeros), carbonato de metiltolilo (y sus isómeros), carbonato de etiltolilo (y sus isómeros), carbonato de propiltolilo (y sus isómeros), carbonato de butiltolilo (y sus isómeros), carbonato de aliltolilo (y sus isómeros), carbonato de metilxililo (y sus isómeros), carbonato de metiltrifenilo (y sus isómeros), carbonato de metilclorofenilo (y sus isómeros), carbonato de metilnitrofenilo (y sus isómeros), carbonato de metilmetoxifenilo, carbonato de metilcumilo (y sus isómeros), carbonato de metilnaftilo (y sus isómeros), carbonato de metilpiridilo (y sus isómeros), carbonato de etilcumilo (y sus isómeros), carbonato de metilbenzoilfenilo (y sus isómeros), carbonato de etilxililo (y sus isómeros) y carbonato de bencilxililo. Estos carbonatos de alquilarilo pueden utilizarse individualmente o en combinación.

Entre estos carbonatos de alquilarilo, es preferente utilizar un carbonato de alquilarilo tal que el alcohol correspondiente al grupo alcoxi del carbonato de alquilarilo tenga un punto de ebullición superior al del agua e inferior al del compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4). Los ejemplos específicos de dichos alcoholes incluyen 1-butanol, 2-metil-1-propanol, alcoholes alquílicos que tienen un grupo alquilo C_5-C_{12} de cadena lineal o ramificado, alcoholes alquénílicos que tienen un grupo alqueno C_4-C_{12} de cadena lineal o ramificado, alcoholes cicloalquílicos y alcoholes aralquílicos. Desde el punto de vista de la eliminación del carbonato de dialquilo producido en la etapa (5) para desplazar el equilibrio de la reacción de desproporción en la dirección de la formación del producto deseado, es más preferente utilizar un carbonato de alquilarilo que tenga un punto de ebullición inferior al del carbonato de diarilo producido en la etapa (5). Para obtener dicho carbonato de alquilarilo, es lo más preferente que cada uno del primer alcohol, el segundo alcohol, los alcoholes correspondientes a los grupos alcoxi contenidos en los compuestos organometálicos de fórmulas (1) y (2) anteriores, y los alcoholes correspondientes a los grupos alcoxi contenidos en el carbonato de dialquilo sea un alcohol primario seleccionado entre el grupo que comprende 1-butanol, 2-metil-1-propanol, pentanol (y sus isómeros) y hexanol (y sus isómeros), y que el compuesto hidroxiaromático sea fenol o cresol.

En la etapa (5), se utiliza un carbonato de alquilarilo como materia prima. Si se desea, también puede utilizarse un catalizador de la reacción de desproporción. Una impureza puede estar presente en el sistema de reacción de la etapa (5) siempre que la impureza no afecte de forma adversa a la reacción de desproporción.

La cantidad del catalizador de la reacción de desproporción utilizado en la etapa (5) varía dependiendo del tipo de catalizador, el tipo de recipiente de reacción utilizado, el tipo y la cantidad del carbonato de alquilarilo como materia prima, y las condiciones de la reacción (tales como la temperatura de reacción y la presión de reacción). Sin embargo, la cantidad del catalizador de la reacción de desproporción es generalmente del 0,0001 al 50% en peso, en base al peso del carbonato de alquilarilo como materia prima. Cuando el catalizador de la reacción de desproporción se utiliza en forma sólida, es preferente que la cantidad de catalizador sea del 0,01 al 75% en

volumen, en base al volumen interno del recipiente de reacción vacío.

El carbonato de alquilarilo como materia prima puede contener, como mínimo, un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un alcohol, un compuesto hidroxiaromático y un carbonato de diarilo. Sin embargo, la reacción de desproporción en la etapa (5) es una reacción en equilibrio (es decir, reacción reversible) (véase la fórmula (11) anterior), de modo que, cuando las cantidades de los compuestos mencionados anteriormente en el carbonato de alquilarilo son grandes, existe un riesgo de que la conversión del carbonato de alquilarilo se rebaje.

El tiempo para la reacción en la etapa (5) varía dependiendo de las condiciones de la reacción y el tipo y la estructura interna del recipiente de reacción. Sin embargo, el tiempo de reacción es generalmente de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas, más preferentemente de 0,05 a 5 horas. La temperatura de reacción (es decir, la temperatura en el recipiente de reacción) varía dependiendo del tipo de carbonato de alquilarilo como materia prima. Sin embargo, la temperatura de reacción es generalmente de 50 a 350°C, preferentemente de 100 a 280°C. La presión de reacción puede ser presión reducida, presión atmosférica o presión superatmosférica, dependiendo del tipo del carbonato de alquilarilo como materia prima y la temperatura de reacción. Sin embargo, la presión de reacción es generalmente de 10 Pa a 20 MPa.

En la etapa (5), no es necesario utilizar un disolvente. Sin embargo, para facilitar las operaciones en la etapa (5), puede utilizarse un disolvente inerte. Los ejemplos de disolventes inertes incluyen éteres, hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos, hidrocarburos alifáticos halogenados e hidrocarburos aromáticos halogenados. Además, la reacción de desproporción en la etapa (5) puede realizarse en presencia de un gas inerte para la reacción de desproporción en la etapa (5). Los ejemplos de dichos gases inertes incluyen nitrógeno, helio, argón y compuestos orgánicos de bajo punto de ebullición, gasificados que son inertes para la reacción en la etapa (5). Cuando la etapa (5) se realiza utilizando una columna de destilación de fases múltiples, con el fin de promover la eliminación de un subproducto de bajo punto de ebullición mediante destilación, el gas inerte o compuesto orgánico de bajo punto de ebullición gasificado, mencionado anteriormente, puede introducirse en la columna de destilación a partir de una parte inferior de la misma.

Una vez completada la etapa (5), el carbonato de diarilo se separa del carbonato de alquilarilo, el compuesto hidroxiaromático, el alcohol y el catalizador, si hubiera alguno, mediante un método convencional para recuperar de este modo el carbonato de diarilo.

Con respecto al tipo del recipiente de reacción utilizado en la etapa (5), no existe ninguna limitación particular, y puede utilizarse cualquier recipiente de reacción convencional. Los ejemplos de recipientes de reacción convencionales incluyen un recipiente de agitación, un recipiente de agitación de fases múltiples, una columna de destilación de fases múltiples. Estos recipientes de reacción pueden utilizarse individualmente o en combinación. Utilizando, como mínimo, uno de los recipientes de reacción mencionados anteriormente, la etapa (5) puede realizarse de manera discontinua o continua. Desde el punto de vista de desplazar eficazmente el equilibrio de la reacción en la dirección de la formación del producto deseado, es preferente utilizar un recipiente de destilación de múltiples fases. Es más preferente que la etapa (5) se realice de forma continua utilizando un recipiente de destilación de múltiples fases.

Con respecto a la columna de destilación de fases múltiples utilizada en la etapa (5), no existe ninguna limitación particular siempre que ésta sea una columna de destilación que tiene dos o más fases teóricas y que sea capaz de una destilación continua. Como tal columna de destilación de fases múltiples, puede utilizarse cualquier columna de destilación de fases múltiples convencional que se utiliza generalmente en la técnica. Los ejemplos de dichas columnas de destilación de fases múltiples incluyen una columna de tipo placa que utiliza una bandeja tal como una bandeja de burbujeo, una bandeja de tamiz, una bandeja de válvula o una bandeja de flujo inverso; y columnas de tipo relleno, rellenas de diversos rellenos, tales como un anillo Raschig, un anillo Lesshing, un anillo Pall, una silla Berl, una silla Interlox, un relleno Dixon, un relleno McMahon, un Heli pack, un relleno Sulzer y Mellapak. Además, también puede utilizarse preferentemente un tipo mixto de una columna de placa y columna rellena, que comprende tanto una parte de placa como una parte rellena de rellenos.

Cuando, en la etapa (5), la producción de un carbonato de diarilo a partir de un carbonato de alquilarilo se realiza de forma continua utilizando una columna de destilación de fases múltiples, la producción se realiza, por ejemplo, de la siguiente manera. Un carbonato de alquilarilo como material de partida se introduce de forma continua en una columna de destilación de fases múltiples para realizar una reacción de desproporción del carbonato de alquilarilo en una fase líquida o una fase gaseosa-líquida en presencia de un catalizador que contiene metal, produciendo de este modo un carbonato de diarilo y subproduciendo un carbonato de dialquilo, en el que una mezcla de alto punto de ebullición que contiene el carbonato de diarilo producido se extrae en forma líquida de una parte inferior de la columna de destilación mientras se extrae de forma continua, mediante destilación, una mezcla de bajo punto de ebullición que contiene el carbonato de dialquilo subproducido en forma gaseosa a partir de una parte superior de la columna de destilación.

Con respecto al material de los aparatos utilizados en el método de la presente invención, no existe ninguna limitación particular; sin embargo, el material se selecciona generalmente entre el grupo que comprende acero

inoxidable y material forrado de vidrio.

Los dibujos adjuntos muestran diagramas de flujo de ejemplos del método de la presente invención. Sin embargo, no debe interpretarse que estos ejemplos limitan el alcance de la presente invención. Por ejemplo, los aparatos y el equipo (tales como el recipiente de reacción, conductos y depósitos) utilizados en la presente invención no están limitados a los que se muestran en los dibujos adjuntos, y pueden seleccionarse apropiadamente, en base al conocimiento y a la técnica convencional. Si se desea, puede realizarse una etapa adicional en el método de la presente invención. Por ejemplo, es posible realizar una etapa adicional para eliminar un compuesto subproducido durante la producción del carbonato aromático deseado. Además, puede añadirse una etapa de despresurización para eliminar, por ejemplo, el compuesto degradado mencionado anteriormente. Además, puede realizarse cualquiera de diversas etapas de tratamiento convencionales. Los aparatos utilizados en la presente invención pueden estar provistos de cualquier equipo convencional, tal como un medidor (por ejemplo, un caudalímetro o un termómetro), un hervidor, una bomba, un condensador o una columna de destilación. En el método de la presente invención, el calentamiento, si fuera necesario, puede realizarse mediante un método convencional, tal como un calentamiento utilizando vapor o un calentador, y la refrigeración, si fuera necesaria, también puede realizarse mediante un método convencional, tal como refrigeración natural, refrigeración con agua o refrigeración con solución saturada de cloruro sódico. Para mejorar la eficiencia térmica, la operación en cada etapa del método de la presente invención puede realizarse para alcanzar el equilibrio de calor en la etapa. El aparato de producción puede estar diseñado para conseguir una recuperación satisfactoria de los productos final e intermedio para un fácil reciclado de los mismos.

En el método de la presente invención para producir un carbonato aromático, tal como se muestra en la figura 1, el alcohol producido en la etapa (4) puede reciclarse a la etapa (3), y el carbonato de dialquilo producido en la etapa (4) puede reciclarse a la etapa (4) como materia prima. Tal como se muestra en la figura 2, el alcohol producido en la etapa (4) puede reciclarse a la etapa (3), y el carbonato de dialquilo producido en la etapa (5) puede reciclarse a la etapa (4) como materia prima. Cuando un ciclo de etapas (1) a (4) o un ciclo de etapas (1) a (5) se repite, como mínimo, una vez, puede obtenerse de forma continua un carbonato aromático, en el que no se desecha sustancialmente ninguna sustancia aparte de agua.

En algunos casos, el alcohol recuperado en la etapa (4) como tal puede reciclarse a la etapa (3). Sin embargo, cuando el alcohol recuperado en la etapa (4) contiene una gran cantidad de un compuesto hidroxiaromático y/o una gran cantidad de un compuesto que contiene un grupo carboxilo, el alcohol se purifica mediante un método de separación convencional de modo que la cantidad total del compuesto hidroxiaromático y el compuesto que contiene un grupo carboxilo en el alcohol se vuelva de 1.000 ppm o menos, preferentemente 100 ppm o menos. Como método de separación, es preferente emplear una separación mediante destilación. Es preferente realizar la etapa (4) mediante un método de destilación reactiva utilizando una columna de destilación, dado que la purificación del alcohol mediante destilación puede realizarse simultáneamente con la producción de un carbonato aromático.

En algunos casos, el carbonato de dialquilo recuperado en la etapa (4) y/o la etapa (5) como tal puede reciclarse a la etapa (4). Sin embargo, cuando el carbonato de dialquilo recuperado contiene una impureza, es preferente que la purificación o el ajuste de concentración del carbonato de dialquilo se realice antes del reciclado del mismo a la etapa (4). Los ejemplos de impurezas contenidas en el carbonato de dialquilo incluyen un compuesto hidroxiaromático, y subproductos formados durante la reacción de transesterificación y la reacción de desproporción mencionadas anteriormente. Los ejemplos de dichos subproductos incluyen un éter dialquílico y un éter alquilarílico, que se forman mediante la descarboxilación de un éster carbónico. Como método para la purificación o el ajuste de la concentración del carbonato de dialquilo, puede utilizarse un método convencional. Entre los métodos convencionales, es preferente un método que utiliza destilación.

Tal como se ha mencionado anteriormente, como método convencional para producir un carbonato aromático (por ejemplo, un carbonato de diarilo), se conocen un método de fosgeno que utiliza fosgeno y un método de carbonilación oxidativa que utiliza monóxido de carbono. Sin embargo, cada uno de estos métodos convencionales es desfavorable ya que se utiliza un compuesto que contiene cloro como materia prima o catalizador, de modo que el carbonato aromático producido mediante el método convencional contiene inevitablemente una gran cantidad de un compuesto que contiene cloro. La utilización de dicho carbonato aromático en la producción de un policarbonato plantea graves problemas, tales como desactivación de un catalizador de polimerización, decoloración y degradación del policarbonato producido. Además, cuando dicho carbonato aromático que contiene una gran cantidad de un compuesto que contiene cloro se utiliza como aditivo para gasolina o combustible, el carbonato aromático causa la corrosión de un motor o una tubería. En sus anteriores solicitudes WO 03/055840 y WO 04/014840, los inventores de la presente invención dieron a conocer un método para producir un éster carbónico, en el que se producen un éster carbónico y agua a partir de dióxido de carbono, un alcohol y un alcóxido de dialquilestaño, en el que la cantidad de un subproducto es muy pequeña. Los inventores de la presente invención han tenido éxito en mejorar la técnica de las anteriores solicitudes mencionadas anteriormente y llegaron a la presente invención. Mediante el método de la presente invención, un carbonato aromático de gran pureza que no contiene sustancialmente ninguna impureza (tal como un compuesto que contiene cloro) puede producirse de forma sencilla y eficaz.

El carbonato aromático de gran pureza producido mediante el método de la presente invención puede utilizarse ventajosamente como materia prima para un policarbonato, un isocianato, un diol de policarbonato y similares. Como carbonato aromático utilizado para producir cada uno de los polímeros mencionados anteriormente, es preferente un carbonato de diarilo.

Con respecto a cada uno del policarbonato, isocianato y diol de policarbonato, más adelante se dan explicaciones.

En primer lugar, con respecto al policarbonato, más adelante se da una explicación. Un carbonato de diarilo se conoce como materia prima utilizada en la producción de un policarbonato mediante el método de fusión convencional que generalmente implica una reacción de transesterificación del carbonato de diarilo con bisfenol A. Sin embargo, tal como se ha mencionado anteriormente, un carbonato de diarilo convencional contiene una gran cantidad de un compuesto que contiene cloro. El compuesto que contiene cloro contenido en el carbonato de diarilo desactiva un catalizador utilizado en la reacción de transesterificación del carbonato de diarilo con bisfenol A. Para evitar esta desventaja, es concebible utilizar el catalizador en una gran cantidad. Sin embargo, la utilización de una gran cantidad del catalizador afecta negativamente a diversas propiedades del policarbonato producido, tales como resistencia a la intemperie y color. Por lo tanto, en dicho método de fusión convencional, es necesario realizar una etapa adicional para eliminar el compuesto que contiene cloro del carbonato de diarilo.

Como método convencional para eliminar un compuesto que contiene cloro de un carbonato de diarilo, puede mencionarse un método en el que un carbonato de diarilo se lava con un álcali o se purifica mediante destilación. Sin embargo, dicho método convencional tiene el siguiente problema grave. El lavado del carbonato de diarilo se realiza a una temperatura a la cual el carbonato de diarilo está en estado fundido. Sin embargo, el punto de fusión del carbonato de diarilo es relativamente alto y, por lo tanto, es necesario realizar el lavado del carbonato de diarilo con el álcali a una temperatura relativamente alta. Como resultado, el carbonato de diarilo sufre una hidrólisis durante el lavado con el álcali. Por otro lado, cuando el carbonato de diarilo se purifica mediante destilación, es muy difícil eliminar el compuesto que contiene cloro de forma satisfactoria del carbonato de diarilo, dado que el carbonato de diarilo contiene diversos compuestos que contienen cloro que tienen diferentes puntos de ebullición que varían de una baja temperatura a una alta temperatura. Por lo tanto, cuando se pretende obtener un policarbonato que tenga una pureza suficientemente alta para utilización comercial, el coste para la purificación se vuelve muy alto.

En otro método convencional para producir un carbonato de diarilo (por ejemplo, carbonato de difenilo), se produce carbonato de dimetilo en primer lugar a partir de carbonato de etileno (que se produce utilizando dióxido de carbono como materia prima) y metanol, y se produce carbonato de metilfenilo a partir del carbonato de dimetilo, y a continuación se produce carbonato de difenilo a partir de carbonato de metilfenilo. En este método, es necesario que el carbonato de dimetilo se forme como un producto intermedio, y que el metanol (que tiene el punto de ebullición más bajo en el sistema de reacción) se destile en forma de una mezcla azeotrópica del mismo con el carbonato de dimetilo para desplazar el equilibrio de la reacción (para producir carbonato de dimetilo a partir de carbonato de etileno y metanol) en la dirección de la formación del producto deseado. En este método, el carbonato de metilfenilo se subproduce necesariamente. El carbonato de metilfenilo es susceptible a una reacción secundaria, tal como una reacción de descarboxilación, formando de este modo subproductos que contienen un grupo metilo, tales como anisol. Los subproductos que contienen un grupo metilo se mezclan con el carbonato de difenilo deseado, y es imposible eliminar completamente dichos subproductos del carbonato de difenilo incluso aunque se intente la purificación del carbonato de difenilo. La presencia de los subproductos que contienen un grupo metilo en el carbonato de difenilo causa los siguientes problemas. La velocidad de la reacción de polimerización para producir un policarbonato a partir del carbonato de difenilo se rebaja. Además, no puede obtenerse un policarbonato que tenga un peso molecular uniforme. Además, el policarbonato producido se decolora.

Por otro lado, en el método de la presente invención, puede producirse un carbonato de diarilo sin generación de dichos subproductos desfavorables. Es difícil confirmar la ausencia de los subproductos que contienen un grupo metilo en el carbonato de diarilo producido mediante el método de la presente invención. Sin embargo, en la producción de un carbonato de diarilo mediante el método de la presente invención, un intermedio del carbonato aromático no está limitado a carbonato de dimetilo. Por lo tanto, en el método de la presente invención, al utilizar un intermedio diferente de carbonato de dimetilo, es posible obtener un carbonato aromático que no contiene sustancialmente ningún subproducto que contiene un grupo metilo que afecte de forma adversa a la reacción de polimerización para producir un policarbonato.

Los ejemplos preferentes de carbonatos de diarilo utilizados como materia prima para producir un policarbonato incluyen un carbonato de diarilo en el que un subproducto que contiene un grupo metilo está presente en una cantidad no superior a 100 ppm en peso, más ventajosamente no superior a 10 ppm en peso, en base al peso del carbonato de diarilo.

Con respecto al isocianato, más adelante se da una explicación. Un isocianato de gran pureza puede producirse utilizando el carbonato aromático (especialmente, un carbonato de diarilo) de la presente invención. Específicamente, por ejemplo, el carbonato de diarilo se hace reaccionar con una poliamina para obtener un carbamato de poliarilo (tal como un carbamato de hexametildiarilo), y el carbamato de poliarilo obtenido se somete a descomposición térmica, produciendo de este modo un isocianato que tiene una gran pureza. Convencionalmente,

como método para sintetizar un isocianato a un coste bajo, solamente se conoce un método que utiliza fosgeno (compuesto que contiene cloro) como materia prima. Por otro lado, el carbonato de diarilo producido mediante el método de la presente invención es económico, y solamente contiene una cantidad muy pequeña de un compuesto que contiene cloro, si contuviera alguna. Por lo tanto, el isocianato obtenido a partir del carbonato de diarilo de la presente invención es muy ventajoso, en comparación con un isocianato convencional, que se produce mediante un método que utiliza fosgeno y, por lo tanto, contiene un compuesto que contiene cloro. Un isocianato se utiliza principalmente para producir un uretano. La producción de un uretano a partir de un isocianato convencional tiene un problema en que un catalizador de uretanación se desactiva y se modifica fácilmente en presencia de cloro. Sin embargo, el isocianato producido a partir del carbonato de difenilo obtenido mediante el método de la presente invención no contiene sustancialmente ningún compuesto que contiene cloro y, por lo tanto, está libre del problema mencionado anteriormente.

Con respecto al diol de policarbonato, más adelante se da una explicación. Utilizando el carbonato aromático de la presente invención, puede producirse un diol de policarbonato de gran pureza.

El policarbonato, isocianato y diol de policarbonato de la presente invención, cada uno de los cuales se produce utilizando el carbonato aromático producido mediante el método de la presente invención, tienen las siguientes ventajas respecto al policarbonato, isocianato y diol de policarbonato convencionales. El policarbonato, isocianato y diol de policarbonato de la presente invención tienen purezas altas y pueden producirse de forma sencilla (y por lo tanto económica) sin causar el problema de la generación de un coproducto. Por lo tanto, el policarbonato, isocianato y diol de policarbonato de la presente invención tienen un alto valor comercial.

MEJOR MODO DE REALIZAR LA INVENCION

En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describirá con más detalle en referencia a los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos, que no deben interpretarse como limitantes del alcance de la presente invención.

En los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos, se realizaron diversas mediciones y análisis mediante los siguientes métodos.

1) Análisis por Resonancia Magnética Nuclear (RMN) de un compuesto organometálico

Aparato: sistema JNM-A400 FT-RMN (fabricado y comercializado por JEOL Ltd., Japón)

(1) Preparación de soluciones de muestra para análisis de ^1H - y ^{13}C -RMN

Se pesaron aproximadamente de 0,1 a 0,5 g de un compuesto organometálico y, a continuación, se les añadieron aproximadamente 0,9 g de cloroformo deuterado, obteniendo de este modo una solución de muestra para un análisis de RMN.

(2) Preparación de una solución de muestra para un análisis de ^{119}Sn -RMN

Se pesaron aproximadamente de 0,1 a 1 g de un líquido que contenía un compuesto organometálico y, a continuación, se les añadieron 0,05 g de tetrametilestano y aproximadamente 0,85 g de cloroformo deuterado, obteniendo de este modo una solución de muestra para un análisis de RMN.

2) Análisis por cromatografía de gases (GC) de un éster carbónico

Aparato: sistema GC-2010 (fabricado y comercializado por Shimadzu Corporation, Japón).

(1) Preparación de una solución de muestra

Se pesaron 0,4 g de un líquido a medir con respecto al contenido del éster carbónico del mismo y, a continuación, se les añadieron aproximadamente 0,5 ml de dimetilformamida deshidratada o acetonitrilo deshidratado. Además, al resultante se le añadieron aproximadamente 0,04 g de tolueno o éter difenílico como patrón interno, obteniendo de este modo una solución de muestra para un análisis por GC.

(2) Condiciones para un análisis por GC

Columna: DB-1 (fabricada y comercializada por J & W Scientific, Estados Unidos)

Fase líquida: dimetildisiloxano al 100%

Longitud de la columna: 30 m

Diámetro de la columna: 0,25 mm

Grosor de la película: 1 µm

5 Temperatura de la columna: la temperatura se elevó de 50°C a 300°C a una velocidad de 10°C/minuto.

Temperatura de inyección: 300°C

Temperatura del detector: 300°C

10 Detector: FID (detector de ionización de llama)

(3) Análisis cuantitativo

15 El análisis cuantitativo de una solución de muestra se realizó utilizando una curva de calibración obtenida con respecto a muestras patrón.

3) Cálculo del rendimiento de un carbonato aromático

20 El rendimiento del carbonato aromático obtenido en la etapa (4) se expresó en términos de % en peso, en base al peso de la mezcla de reacción obtenida en la etapa (4), o en términos del % molar del carbonato de alquilarilo y carbonato de diarilo obtenidos, en base a la cantidad molar total del carbonato de dialquilo utilizado como material de partida en la reacción de la etapa (4).

25 4) Peso molecular promedio en número de carbonato aromático

El peso molecular promedio en número de un carbonato aromático se determinó mediante cromatografía de permeación en gel (GPC).

30 Ejemplo 1

(Producción de dialcóxido de dibutilestano)

35 Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestano de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector, se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestano y 2.224 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestano se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

45 Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C hasta el punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

55 La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

60 Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestano y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-dibutyloxidiestanoxano.

65

(Etapa (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 100 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hacía circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 130°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a la velocidad de aproximadamente 0,06 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 2.150 g (29 moles) de 1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C hasta el punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al

depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-dibutyloxidiestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 40 g de fenol y 8 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, obteniendo de este modo el catalizador A.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador A se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 4 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) que tenía 80 bandejas de tamiz en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 231°C, la presión en la parte superior de la columna era de $1,2 \times 10^5$ Pa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 3. Un gas descargado desde la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 240 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 30 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 9% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 30% en peso de fenol y aproximadamente el 61% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 41% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 50% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 9% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte de la misma que está a aproximadamente 0,4 m por encima de la parte inferior de la columna de destilación -61- a una velocidad de aproximadamente 240 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en

la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 189°C, la presión en la parte superior de la columna se mantenía a aproximadamente 101,3 kPa (presión atmosférica), y la relación de reflujo era de aproximadamente 3,5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 16,3 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 223,7 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía aproximadamente el 99,99% en peso de 1-butanol y aproximadamente 100 ppm en peso de fenol, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 66% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 33% en peso de fenol y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del líquido residual.

(Separación de alcohol del agua mediante destilación)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, el condensado en el depósito -7- se separó en alcohol y agua mediante destilación de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -7- en la producción de dialcóxidos de dibutilestano y en la etapa (3) se introdujo de forma continua a través del precalentador -13- en la columna de destilación continua de fases múltiples -14- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte de la misma que está aproximadamente 0,4 m por encima de la parte inferior de la columna de destilación -14- a una velocidad de aproximadamente 250 g/h, y se realizó la destilación para separar de este modo el condensado en un alcohol y agua. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -14- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -15- al hervidor -22- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -14-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -14- era de 81°C, y la presión en la parte superior de la misma se redujo a aproximadamente 20 kPa. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -14- se transfirió a través del conducto -17- al condensador -18-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se transfirió al aparato de separación de vapor-líquido -129-, y se separó en dos fases líquidas. A continuación, la fase inferior del condensado se extrajo de forma continua del aparato de separación de vapor-líquido -129- y se transfirió al depósito -19- a una velocidad de aproximadamente 25 g/h. Por otro lado, la fase superior del condensado se sometió a reflujo a través del conducto -20- a la columna de destilación -14- a una relación de reflujo de aproximadamente 0,6. El líquido residual en la columna de destilación -14- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -15- al depósito -16- a una velocidad de aproximadamente 225 g/h.

El líquido residual recogido en el depósito -16- contenía casi el 100% en peso, en base al peso del líquido residual, de 1-butanol, y no contenía sustancialmente agua (no se detectó agua en el análisis del líquido residual). Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -19- contenía el 75% en peso de 1-butanol y el 25% en peso de agua, en base al peso del líquido en el depósito -19-.

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó después de la separación de alcohol del agua mediante destilación, de la siguiente manera.

El líquido residual recogido en el depósito -32- en la etapa (2) mencionada anteriormente se introdujo a través del conducto -35- en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-. Además, el producto de 1-butanol recogido en el depósito -135- en la etapa de reciclado del alcohol mencionada anteriormente se introdujo a través del conducto -134- en el recipiente de reacción -1-, y el producto de 1-butanol en el depósito -16- (que es una mezcla de 1-butanol recién preparado introducido en el depósito -16- antes del funcionamiento del dispositivo de la figura 3 y 1-butanol sin reaccionar separado en el aparato -11-) se introdujo a través del conducto -3- en el recipiente de reacción -1-, en el que la cantidad total de los productos de 1-butanol introducida en el recipiente de reacción -1- era de aproximadamente 2.224 g (30 moles). Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, y se realizó una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, en el que el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se

transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- el aparato -11- para eliminar alcohol, en el que el aparato -11- estaba equipado con un agitador, un dispositivo reductor de la presión y un calentador. A continuación, del líquido residual recogido en el aparato -11- se eliminó el alcohol sin reaccionar de la misma manera que se ha mencionado anteriormente, y el líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el conducto -12- y se recogió en el depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 107 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,18 moles de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente 0,06 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

Después de la etapa (3) anterior, la etapa (1) se realizó de la siguiente manera.

Aproximadamente 107 g del líquido recogido en el depósito -23- en la etapa (3) se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

Ejemplo 2

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.224 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

5 (Etapa (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

25 (Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 100 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 130°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a la velocidad de aproximadamente 0,06 mol/h, y que no había sustancialmente dialcóxido de dibutilestaño contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

55 (Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 2.150 g (29 moles) de 1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción

durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y el ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 40 g de fenol y 8 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, obteniendo de este modo el catalizador A.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador A se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 231°C, la presión en la parte superior de la columna era de 2×10^5 Pa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 67 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 203 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 28% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 71% en peso de fenol y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 11% en peso de fenol, el 64% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 22% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 203 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte

inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 237°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 26 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- a través del conducto -55- a una velocidad de aproximadamente 172 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 31 g/h.

El condensado extraído de la columna de destilación -50- a través del conducto -55- contenía aproximadamente 400 ppm en peso de 1-butanol, aproximadamente el 13% en peso de fenol, aproximadamente el 84% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 3% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 27% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 64% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido residual recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 9% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 201 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era 156°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 40 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,7. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 55 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 146 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía casi el 100% en peso de 1-butanol, en base al peso del condensado, y no contenía sustancialmente fenol (no se detectó fenol en el análisis del condensado). Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 99% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual, y no contenía sustancialmente 1-butanol (no se detectó 1-butanol en el análisis del líquido residual).

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El líquido residual recogido en el depósito -58- se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 310 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa; y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 30% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 70% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 283 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 248°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 27 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 4. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 85 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 198 g/h.

El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 0,4% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 99% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 0,2% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 99% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual, y no contenía sustancialmente cloro (no se detectó cloro en el análisis del líquido residual).

Ejemplo 3

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.075 g (28 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 N/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió 11 veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó 12 veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 1.280 g, y que el líquido contenía aproximadamente 2,08 moles de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente 0,76 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

El líquido obtenido en el depósito -23- se introdujo a través del conducto -24- en un autoclave de 1 litro (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) (que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula) a una velocidad de aproximadamente 500 g/h. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C, y la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 4 MPa en el autoclave. A continuación, se realizó una reacción mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción, se tomó y se analizó una muestra de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que la muestra contenía aproximadamente 0,57 mol/kg de carbonato de dibutilestaño.

La mezcla de reacción en el autoclave se extrajo de forma continua de la parte inferior del mismo y se recogió en el depósito -127-.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción recogida en el depósito -127- se transfirió al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono a una velocidad de aproximadamente 515 g/h. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 100 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 130°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a la velocidad de aproximadamente 0,06 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilestaño contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- se introdujo a través del conducto -33- y el conducto -35- en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 60 litros -1- a una velocidad de aproximadamente 413 g/h. Además, se introdujo 1-butanol desde el depósito -16- a través del conducto -3- en el recipiente de reacción -1- a una velocidad de aproximadamente 7.412 g/h (100 mol/h), y se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 1,5 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado

se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

- 5 Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

10 (Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

- 15 Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol a una velocidad de aproximadamente 0,25 g/h. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló a partir de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

20 (Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

- 25 El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador B se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) que tenía 40 bandejas de tamiz en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 231°C, la presión en la parte superior de la columna era de 2×10^5 Pa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 67 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 203 g/h.

- 45 El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 27% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 72% en peso de fenol y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía 330 ppm en peso de 1-butanol, aproximadamente el 11% en peso de fenol, aproximadamente el 65% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 21% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

50 (Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

- 55 Después de la etapa (4), el líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) que tenía 40 bandejas de tamiz en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 203 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 237°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 27 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al

condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 172 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 31 g/h.

El condensado recogido en el depósito -126- contenía aproximadamente 390 ppm en peso de 1-butanol, aproximadamente el 13% en peso de fenol, aproximadamente el 86% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente 500 ppm en peso de carbonato de dibutilestaño, aproximadamente el 26% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 65% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido residual recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 8% en peso.

Un ciclo de las etapas (1) a (5) mencionadas anteriormente se realizó repetidamente.

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 8, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El líquido residual recogido en el depósito -58- se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 310 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

Ejemplo 4

Después de la operación del ejemplo 3, un ciclo de las siguientes etapas (1) a (5) se realizó repetidamente.

(Etapas (1))

El líquido obtenido en el depósito -23- en la etapa (3) del ejemplo 3 se introdujo a través del conducto -24- en un autoclave de 1 litro (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) (que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula) a una velocidad de 500 g/h. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C, y la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 4 MPa en el autoclave. A continuación, se realizó una reacción mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción, se tomó y se analizó una muestra de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que la muestra contenía aproximadamente 0,57 mol/kg de carbonato de dibutilestaño.

La mezcla de reacción en el autoclave se extrajo de forma continua de la parte inferior del mismo y se recogió en el depósito -127-.

(Etapas (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción recogida en el depósito -127- se transfirió al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono a una velocidad de aproximadamente 515 g/h. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology

Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 100 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 130°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a la velocidad de aproximadamente 0,06 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- se introdujo a través del conducto -35- en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 60 litros -1- a una velocidad de aproximadamente 413 g/h. Además, se introdujo 1-butanol desde el depósito -16- a través del conducto -3- en el recipiente de reacción -1- a una velocidad de aproximadamente 7.412 g/h (100 mol/h), y se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 N ℓ /h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol a una velocidad de aproximadamente 0,25 g/h. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló a partir de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), el condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -126- en la etapa (5) del ejemplo 3, fenol, el catalizador B y el líquido (que contenía Pb) recogido en el depósito -80- en la etapa de la purificación de un carbonato de diarilo en el ejemplo 3 se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de

carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) que tenía 40 bandejas de tamiz en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 231°C, la presión en la parte superior de la columna era de 2×10^5 Pa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 67 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 203 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 27% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 72% en peso de fenol y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía 330 ppm en peso de 1-butanol, aproximadamente el 11% en peso de fenol, aproximadamente el 65% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 21% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (4), el líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 203 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 237°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 27 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- a través del conducto -55- a una velocidad de aproximadamente 172 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 31 g/h.

El condensado extraído del condensador -52- a través del conducto -55- contenía aproximadamente 390 ppm en peso de 1-butanol, aproximadamente el 13% en peso de fenol, aproximadamente el 86% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente 500 ppm en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 26% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 65% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido residual recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 8% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) mencionada anteriormente se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte de la misma que está a aproximadamente 0,4 m por encima de la parte inferior de la columna de destilación -61- a una velocidad de aproximadamente 67 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se

- realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 164°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 53 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 18,2 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 48,8 g/h.
- El condensado recogido en el depósito -135- contenía aproximadamente el 99,9% en peso de 1-butanol y aproximadamente 150 ppm en peso de fenol, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente 100 ppm en peso de 1-butanol y aproximadamente el 98% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.
- (Purificación del carbonato de diarilo)
- Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.
- El líquido residual recogido en el depósito -58- en la etapa (5) mencionada anteriormente se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 315 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.
- El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente 200 ppm en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 29% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 71% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.
- Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 288 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 198°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 6 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 6. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 198 g/h.
- El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente 700 ppm en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 93% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 7% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía casi el 100% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual, y no contenía sustancialmente carbonato de butilfenilo (no se detectó carbonato de butilfenilo mediante el análisis por GC del líquido residual). Además, el líquido residual recogido en el depósito -91- no contenía sustancialmente cloro (no se detectó cloro en el análisis del líquido residual).

Ejemplo 5

(Producción de dialcóxido de dioctilestaño)

- 5 Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dioctilestaño de la siguiente manera.

10 En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 108 g (0,3 moles) de óxido de dioctilestaño y 2.223 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dioctilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,5 N₂/h.

15 Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando, de este modo, una reacción durante aproximadamente 12 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

20 La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

30 Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 375 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,50 moles de dibutóxido de dioctilestaño y aproximadamente 0,20 moles de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

40 Aproximadamente 125 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave, y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

50 Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,05 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,06 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

60 Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de

carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 180°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a una velocidad de aproximadamente 0,04 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de diocilestaño contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 80 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 2.223 g (30 moles) de 1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,5 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando, de este modo, una reacción durante aproximadamente 12 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de gas desde el conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de diocilestaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, en el que la cantidad de agua eliminada mediante destilación era de aproximadamente 2,5 g. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló y se extrajo de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador B se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 239°C, la presión en la parte superior de la columna era de 250 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 67 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 203 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 33% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 65% en peso de fenol y aproximadamente el 2% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 11% en peso de fenol, aproximadamente el 60% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 26% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 1,6% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 203 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 240°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 27 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 165 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 39 g/h.

El condensado recogido en el depósito -126- contenía aproximadamente 500 ppm en peso de 1-butanol, aproximadamente el 13% en peso de fenol, aproximadamente el 85% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 2% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 32% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 61% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido residual recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 7% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte de la misma que está a aproximadamente 0,7 m por encima de la parte inferior de la columna de destilación -61- a una velocidad de aproximadamente 201 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-,

para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 145°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 13 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,3. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 68 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 133 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía aproximadamente el 99,9% en peso de 1-butanol y aproximadamente 100 ppm en peso de fenol, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 2% en peso de carbonato de dibutilo, y aproximadamente el 98% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El líquido residual recogido en el depósito -58- en la etapa (5) se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 195 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 14 g/h.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 34% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 66% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 181 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 232°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 16 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 62 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 119 g/h.

El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 0,6% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 99% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 0,4% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 99,7% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

Ejemplo 6

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la

siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 889 g (12 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 300 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,24 moles de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente 0,33 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 100 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave, y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,02 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,03 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena

de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través el conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 80 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 100°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a una velocidad de aproximadamente 0,02 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 77 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 889 g (12 moles) de 1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, en el que la cantidad de agua eliminada mediante destilación era de aproximadamente 2,5 g. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló a partir de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador B se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) en

una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 215°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 150 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas descargado desde la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 16 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 254 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 53% en peso de 1-butanol, y aproximadamente el 47% en peso de fenol, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 29% en peso de fenol, aproximadamente el 60% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 9% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 0,5% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapas (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en una parte media de una columna de destilación continua de fases múltiples 50 (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) a una velocidad de aproximadamente 254 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 235°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 26 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 238 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 16 g/h.

El condensado extraído de la columna de destilación -50- a través del conducto -55- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 31% en peso de fenol, aproximadamente el 67% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 25% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 58% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido residual recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 17% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma que está a aproximadamente 0,8 m por encima de la parte inferior de la columna de destilación -61- a una velocidad de aproximadamente 168 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 145°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 27 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,3. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una

velocidad de aproximadamente 90 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 78 g/h.

- 5 El condensado recogido en el depósito -135- contenía aproximadamente el 99,9% en peso de 1-butanol y aproximadamente 150 ppm en peso de fenol, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 0,2% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente 100 ppm en peso de 1-butanol, y aproximadamente el 99% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

10 (Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

- 15 El líquido residual recogido en el depósito -58- en la etapa (5) se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 163 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

- 30 El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 30% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 70% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

- Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 136 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 233°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 17 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 3. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 41 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 95 g/h.

- 50 El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 99% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 99% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

55 Ejemplo 7

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

- 60 Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

- En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.223 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol

-16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 N ℓ /h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestano y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 11, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -103- y se recogió en el depósito -137-.

Posteriormente, el líquido recogido en el depósito -137- se introdujo a través del conducto -136- (equipado con el precalentador -104-) en la columna de destilación de fases múltiples -105- (diámetro interno: 5 cm; altura: 2 m) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 106 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -105- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -112- al hervidor -111- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -105-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -105- era de 170°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1

kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -105- se transfirió a través del conducto -106- al condensador -107-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -107- a través del conducto -110-. El líquido residual en la columna de destilación -105- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -112- al depósito -113-. Con respecto al condensado resultante extraído del condensador -107- a través del conducto -110-, se descubrió que el condensado se extraía del condensador -107- a una velocidad de aproximadamente 12 g/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído de la columna de destilación -105-, se descubrió que el líquido residual se transfería al depósito -113- a una velocidad de aproximadamente 94 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -113- y aproximadamente 2.223 g (30 moles) de 1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, en el que la cantidad de agua eliminada mediante destilación era de aproximadamente 2,5 g. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló a partir de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) obtenido en la etapa (2), fenol y el catalizador B se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en una parte media de la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) (que tenía 40 bandejas de tamiz) a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones

en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 230°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 150 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 67 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 203 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 22% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 75% en peso de fenol y aproximadamente el 3% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 12% en peso de fenol, aproximadamente el 68% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 17% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 203 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 237°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 26 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 178 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 25 g/h.

El condensado recogido en el depósito -126- contenía aproximadamente 400 ppm en peso de 1-butanol, aproximadamente el 14% en peso de fenol, aproximadamente el 83% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 3% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 34% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 55% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido residual recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 11% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 201 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 124°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 9 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 44 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 157 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía casi el 100% en peso de 1-butanol, en base al peso del condensado, y no contenía sustancialmente fenol (no se detectó fenol en el análisis del condensado). Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 4% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 96% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El líquido residual recogido en el depósito -58- en la etapa (5) se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en una parte media de una columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) a una velocidad de aproximadamente 252 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 38% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 62% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en una parte media de una columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) a una velocidad de aproximadamente 225 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 227°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 13 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 4. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 87 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 138 g/h.

El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 99% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente 400 ppm en peso de carbonato de butilfenilo y casi el 100% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

Ejemplo 8

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.333 g (30 moles) de isobutanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo isobutanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 107°C al punto de ebullición de isobutanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía isobutanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,56 moles de diisobutóxido de dibutilestano y aproximadamente 0,17 moles de 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-diisobutylodiestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de diisobutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de diisobutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 100 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 130°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 2,7 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte

superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de diisobutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a una velocidad de aproximadamente 0,07 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y que no se detectó carbonato de diisobutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 2.150 g (29 moles) de isobutanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual e isobutanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 107°C al punto de ebullición de isobutanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía isobutanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía diisobutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-diisobutóxidiestano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 40 g de fenol y 8 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, obteniendo de este modo el catalizador A.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de diisobutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador A se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de diisobutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) (que tenía 40 bandejas de tamiz) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 231°C, la presión en la parte superior de la columna era de 2×10^5 Pa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 42 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente

228 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 33% en peso de isobutanol, aproximadamente el 66,5% en peso de fenol y aproximadamente el 0,5% en peso de carbonato de diisobutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 21% en peso de fenol, aproximadamente el 62% en peso de carbonato de diisobutilo, aproximadamente el 15% en peso de carbonato de isobutilfenilo, y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 228 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 239°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 30 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- a través del conducto -55- a una velocidad de aproximadamente 206 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 22 g/h.

El condensado extraído del condensador -52- a través del conducto -55- contenía aproximadamente el 0,2% en peso de isobutanol, aproximadamente el 23% en peso de fenol, aproximadamente el 73% en peso de carbonato de diisobutilo y aproximadamente el 4% en peso de carbonato de isobutilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de diisobutilo, aproximadamente el 28% en peso de carbonato de isobutilfenilo y aproximadamente el 60% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido residual recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 12% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 210 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 175°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 80 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,3. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 69 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 141 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía aproximadamente el 99,9% en peso de isobutanol y aproximadamente 400 ppm en peso de fenol, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 0,7% en peso de carbonato de diisobutilo, aproximadamente 300 ppm en peso de isobutanol, y aproximadamente el 99% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El líquido residual recogido en el depósito -58- en la etapa (5) se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 220 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente 1.000 ppm en peso de carbonato de diisobutilo, aproximadamente el 32% en peso de carbonato de isobutilfenilo y aproximadamente el 68% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 193 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 211°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 7 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 61 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 132 g/h.

El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de diisobutilo, aproximadamente el 99% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente 500 ppm en peso de carbonato de butilfenilo y casi el 100% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

Ejemplo 9

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 4.837 g (21 moles) de 2-etil-1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 2-etil-1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 1,0 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura a aproximadamente 120°C, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una

mezcla líquida que contenía 2-etil-1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 360 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,60 moles de bis(2-etil-1-butóxido) de dibutilestano y aproximadamente 0,15 moles de 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-bis(2-etil-1-butilo)diestano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 120 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,07 moles de carbonato de bis(2-etilbutilo), y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,08 moles de carbonato de bis(2-etilbutilo).

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 180°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 2,7 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de bis(2-etilbutilo) se extrajo y se transfirió al depósito -29- a la velocidad de aproximadamente 0,06 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 80 g/h, y que no se detectó carbonato de bis(2-etilbutilo) mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 4.837 g (21 moles) de 2-etil-1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 2-etil-1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 1,0 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura a aproximadamente 120°C, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 2-etil-1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía bis(2-etilbutóxido) de dibutilestaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutoxi)diestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 40 g de fenol y 8 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, obteniendo de este modo el catalizador A.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo)) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador A se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo)/fenol de 71/29 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) (que tenía 40 bandejas de tamiz) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 200 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 237°C, la presión en la parte superior de la columna era de 13 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 34 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 166 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 29% en peso de 2-etil-1-butanol, aproximadamente el 70,7% en peso de fenol y aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo), en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 14% en peso de fenol, aproximadamente el 70% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo), aproximadamente el 13% en peso de carbonato de 2-etilbutilfenilo, y aproximadamente el 0,7% en peso de carbonato de difenilo, en base al

peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

5 Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que tenía 40 bandejas de tamiz) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 166 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 239°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 19 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- a través del conducto -55- a una velocidad de aproximadamente 157 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 9 g/h.

El condensado extraído del condensador -52- a través del conducto -55- contenía aproximadamente 500 ppm en peso de 2-etil-1-butanol, aproximadamente el 15% en peso de fenol, aproximadamente el 78% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) y aproximadamente el 7% en peso de carbonato de 2-etilbutilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo), aproximadamente el 26% en peso de carbonato de 2-etilbutilfenilo, y aproximadamente el 53% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido residual recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 21% en peso.

(Reciclado del alcohol)

35 Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte de la misma que está a aproximadamente 0,4 m por encima de la parte inferior de la columna de destilación -61- a una velocidad de aproximadamente 170 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 138°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 20 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 49 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 121 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía aproximadamente el 99,7% en peso de 2-etil-1-butanol y aproximadamente el 0,3% en peso de fenol, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 0,4% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo), aproximadamente el 0,1% en peso de 2-etil-1-butanol, y aproximadamente el 99,5% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

60 (Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

65 El líquido residual recogido en el depósito -58- en la etapa (5) se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno:

aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 193 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 230°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1,5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 40 g/h.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo), aproximadamente el 33% en peso de carbonato de 2-etilbutilfenilo y aproximadamente el 67% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte de la misma que está a aproximadamente 0,2 m por encima de la parte inferior de la columna de destilación -83- a una velocidad de aproximadamente 229 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 241°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 33 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 120 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 109 g/h.

El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 0,2% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo), aproximadamente el 61% en peso de carbonato de 2-etilbutilfenilo y aproximadamente el 39% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente el 2% en peso de carbonato de 2-etilbutilfenilo y aproximadamente el 98% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

Ejemplo 10

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjo dialcóxido de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.223 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 100°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,05 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,06 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se purgó con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado por ésta se purgó del recipiente. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 120°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a una velocidad de aproximadamente 0,05 mol/h, y que no había sustancialmente dialcóxido de dibutilestaño contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 80 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 2.223 g (30 moles) de 1-

butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, en el que la cantidad de agua eliminada mediante destilación era de aproximadamente 2,5 g. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló a partir de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador B se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) (que tenía 40 bandejas de tamiz) en una parte que está a aproximadamente 0,5 m por encima de la parte inferior de la columna de destilación -39- a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 221°C, la presión en la parte superior de la columna era de 150 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 42 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 203 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 23% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 73% en peso de fenol y aproximadamente el 4% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 12% en peso de fenol, aproximadamente el 67% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 18% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 203 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 235°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 26 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 176 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

El condensado recogido en el depósito -126- contenía aproximadamente 300 ppm en peso de 1-butanol, aproximadamente el 14% en peso de fenol, aproximadamente el 84% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,5% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 31% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 59% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido residual recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 10% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 201 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 116°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 13 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito -135- a una velocidad de aproximadamente 46 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 155 g/h.

El condensado extraído del condensador -63- a través del conducto -66- contenía casi el 100% en peso de 1-butanol, en base al peso del condensado, y no contenía sustancialmente fenol (no se detectó fenol en el análisis del condensado). Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 5% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 95% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El líquido residual recogido en el depósito -58- en la etapa (5) se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 273 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de

destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 0,6% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 34% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 65% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 246 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 211°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 7 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 85 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 161 g/h.

El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 1,6% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 98% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 0,4% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente el 0,2% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 99% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

Ejemplo 11

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.223 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, toda la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de

aproximadamente 1.170 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestano y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 130 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,01 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,02 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él. A continuación, la mezcla resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave y se transfirió al depósito 127 de un dispositivo tal como se muestra en la figura 4.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). Después de la tercera operación, se analizó una muestra de la mezcla de reacción resultante en el depósito -127-. Como resultado, se descubrió que la mezcla de reacción resultante contenía 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

La mezcla de reacción recogida en el depósito -127- en la etapa (1) se transfirió a través del conducto -128- al recipiente -25- para eliminar el dióxido de carbono. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 15 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado por ésta se purgó del recipiente. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 26 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 120°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo y 1-butanol se extrajeron y se transfirieron al depósito -29- a una velocidad de aproximadamente 0,02 mol/h, y que no había sustancialmente dialcóxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 22 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 2.223 g (30 moles) de 1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de

nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-dibutyloxidistano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, en el que la cantidad de agua eliminada mediante destilación era de aproximadamente 2,5 g. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló a partir de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

(Separación de alcohol del carbonato de dialquilo)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 10, el condensado en el depósito -29- en la etapa (2) se separó en alcohol y carbonato de dialquilo de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -29- en la etapa (2) se introdujo de forma continua a través del conducto -92- (equipado con el precalentador -93-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -94- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte de la misma que está a aproximadamente 0,6 m por encima de la parte inferior de la columna de destilación -94- a una velocidad de aproximadamente 295 g/h, y se realizó la destilación para separar, de este modo, al condensado en un alcohol y un carbonato de dialquilo, concretamente, 1-butanol y carbonato de dibutilo. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -94- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -101- al hervidor -100- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -94-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -94- era de 150°C, la presión en la parte superior de la columna de la misma se redujo a aproximadamente 19 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -94- se transfirió a través del conducto -95- al condensador -96-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se transfirió a través del conducto -99- al depósito -139- a una velocidad de aproximadamente 283 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -94- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -101- al depósito -102- a una velocidad de aproximadamente 12 g/h.

El líquido residual recogido en el depósito -139- contenía casi el 100% en peso, en base al peso del líquido residual, de 1-butanol, y no contenía sustancialmente carbonato de dibutilo (no se detectó carbonato de dibutilo mediante análisis por GC del líquido residual). Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -102- contenía aproximadamente el 99,6% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 0,4% en peso de 1-butanol, en base al peso del líquido en el depósito -102-.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador B se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en una parte media de la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) (que tenía 40 bandejas de tamiz) a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 220°C, la presión en la parte superior de la columna era de 150 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 67 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 203 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 18% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 74% en peso de fenol y aproximadamente el 8% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 14% en peso de fenol, aproximadamente el 69% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 14% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 203 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 231°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 26 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 181 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 22 g/h.

El condensado recogido en el depósito -126- contenía aproximadamente 500 ppm en peso de 1-butanol, aproximadamente el 16% en peso de fenol, aproximadamente el 82% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 2% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 38% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 50% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido residual recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 12% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 201 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se

realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 134°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 16 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 38 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 163 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía casi el 100% en peso de 1-butanol, en base al peso del condensado, y no contenía sustancialmente fenol (no se detectó fenol en el análisis del condensado). Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 10% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 90% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El líquido residual recogido en el depósito -58- en la etapa (5) se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 225 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 43% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 57% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 198 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 211°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 7 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 86 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 112 g/h.

El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 99% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 0,2% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 99% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

Ejemplo 12

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.223 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas destilado a partir del conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de

destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 120 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,5. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 130°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a una velocidad de aproximadamente 0,08 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 110 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 2.223 g (30 moles) de 1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas destilado a partir del conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidistano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, en el que la cantidad de agua eliminada mediante destilación era de aproximadamente 2,5 g. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló a partir de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador B se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de aproximadamente 48/52 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) que tenía 40 bandejas de tamiz en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h,

para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 221°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 150 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 60 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 210 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 10% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 90% en peso de fenol y aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 36% en peso de fenol, aproximadamente el 54% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 8% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 0,5% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 210 g/h, para realizar, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 237°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 26 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 198 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 12 g/h.

El condensado recogido en el depósito -126- contenía aproximadamente el 0,4% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 38% en peso de fenol, aproximadamente el 60% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 11% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 65% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 23% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 300 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 134°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 16 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,7. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad

de aproximadamente 30 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 270 g/h.

- 5 El condensado recogido en el depósito -135- contenía casi el 100% en peso de 1-butanol, en base al peso del condensado, y no contenía sustancialmente fenol (no se detectó fenol en el análisis del condensado). Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 99% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

10 (Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

- 15 El condensado recogido en el depósito -58- se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 118 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- y se transfirió a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

- 30 El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 15% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 84% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

- Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 91 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 207°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 3,5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- y se transfirió a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 14 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 77 g/h.

- 50 El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 8% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 90% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 2% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente el 0,2% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 99% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

55 Ejemplo 13

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

- 60 Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

- En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.224 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol

-16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas destilado a partir del conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestano y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-butiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 100 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 150°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes

volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a una velocidad de aproximadamente 0,07 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 2.150 g (29 moles) de 1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutóxidiestano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y etóxido de hafnio (fabricado y comercializado por Gelest Inc., Estados Unidos) se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Hf de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) que tenía 40 bandejas de tamiz en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 231°C, la presión en la parte superior de la columna era de 2×10^5 Pa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 40 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 230 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 27% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 70% en peso de fenol y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 21% en peso de fenol, aproximadamente el 62% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 11% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Hf de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) que tenía 40 bandejas de tamiz en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 230 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 239°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 20 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- a una velocidad de aproximadamente 220 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 15 g/h.

El condensado extraído del condensador -52- a través del conducto -55- contenía aproximadamente el 1% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 22% en peso de fenol, aproximadamente el 68% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 2% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 50% en peso de carbonato de difenilo y aproximadamente el 31% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Hf de aproximadamente el 18% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 200 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 121°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 9 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 54 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 146 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía casi el 100% en peso de 1-butanol, en base al peso del condensado, y no contenía sustancialmente fenol (no se detectó fenol en el análisis del condensado). Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 96% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual, y no contenía sustancialmente 1-butanol (no se detectó 1-butanol en el análisis del líquido residual).

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de

diarilo de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -58- se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 149 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- y se transfirió a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 50% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 50% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 122 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 227°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 13 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 4. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- y se transfirió a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 61 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 61 g/h.

El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 0,2% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 99% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente 300 ppm en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente 400 ppm en peso de carbonato de butilfenilo y casi el 100% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

Ejemplo 14

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.223 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nl/h. Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-butiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 60 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,1. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 140°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 2 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a una velocidad de aproximadamente 0,04 mol/h, y que no había sustancialmente dialcóxido de dibutilestaño contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 55 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 2.223 g (30 moles) de 1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y óxido de difenilestano (fabricado y comercializado por Azmax Co. Ltd., Japón) se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de aproximadamente 65/35 y un contenido de Sn de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) que tenía 40 bandejas de tamiz en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 135 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 231°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 150 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 31 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 105 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 8% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 84% en peso de fenol y aproximadamente el 8% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 17% en peso de fenol, aproximadamente el 75% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 6% en peso de carbonato de butilfenilo, y aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Sn de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m)

(que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 316 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 240°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 26 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 304 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 12 g/h.

El condensado recogido en el depósito -126- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 18% en peso de fenol, aproximadamente el 79% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 3% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,5% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 40% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 25% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Sn de aproximadamente el 34% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 310 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 110°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 9 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,7. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 25 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 285 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía casi el 100% en peso de 1-butanol, en base al peso del condensado, y no contenía sustancialmente fenol (no se detectó fenol en el análisis del condensado). Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 9% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 91% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -58- se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 200 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- y se transfirió a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79-

al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 70 g/h.

El condensado transferido a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 61% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 38% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 130 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 227°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 13 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 4. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- y se transfirió a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 81 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 49 g/h.

El condensado transferido a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 2% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 98% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 0,1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía casi el 100% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual, y no contenía sustancialmente carbonato de butilfenilo (no se detectó carbonato de butilfenilo en el análisis del líquido residual).

Ejemplo 15

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 3.486 g (30 moles) de 5-metil-1-hexanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 5-metil-1-hexanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura a aproximadamente 120°C, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 5-metil-1-hexanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 380 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,56 moles de di(5-metilhexuro) de dibutilestaño y aproximadamente 0,17 moles de 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-di(5-metilhexil)diestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 127 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,07 moles de carbonato de di(5-metilhexilo), y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,08 moles de carbonato de di(5-metilhexilo).

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 60 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,5. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 100°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de di(5-metilhexilo) se extrajo y se transfirió al depósito -29- a una velocidad de aproximadamente 0,04 mol/h, y que no había sustancialmente dialcóxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 55 g/h, y que no se detectó carbonato de di(5-metilhexilo) mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 3.486 g (30 moles) de 5-metil-1-hexanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 5-metil-1-hexanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 N/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura a aproximadamente 120°C, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 5-metil-1-hexanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de

la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía di(5-metilhexuro) de dibutilestaño y 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-di(5-metilhexil)diestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, en el que la cantidad de agua eliminada mediante destilación era de aproximadamente 2,5 g. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló a partir de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de di(5-metilhexilo)) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador B se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de di(5-metilhexilo)/fenol de aproximadamente 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 230°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 150 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 58 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 212 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 21% en peso de 5-metil-1-hexanol, aproximadamente el 79% en peso de fenol y aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de di(5-metilhexilo), en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 29% en peso de fenol, aproximadamente el 60% en peso de carbonato de di(5-metilhexilo), aproximadamente el 9% en peso de carbonato de 5-metilhexilfenilo, y aproximadamente el 0,5% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 212 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a

continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 237°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 26 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 200 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 12 g/h.

El condensado extraído de la columna de destilación -50- a través del conducto -55- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de 5-metil-1-hexanol, aproximadamente el 7% en peso de fenol, aproximadamente el 89% en peso de carbonato de di(5-metilhexilo) y aproximadamente el 4% en peso de carbonato de 5-metilhexilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 3% en peso de carbonato de di(5-metilhexilo) aproximadamente el 15% en peso de carbonato de 5-metilhexilfenilo y aproximadamente el 60% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 2% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte de la misma que está a aproximadamente 0,4 m por encima de la parte inferior de la columna de destilación -61- a una velocidad de aproximadamente 174 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 112°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 4 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 6. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 36 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 138 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía casi el 100% en peso de 5-metil-1-hexanol y aproximadamente 400 ppm en peso de fenol, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 0,4% en peso de carbonato de di(5-metilhexilo), aproximadamente el 0,5% en peso de 5-metil-1-hexanol y aproximadamente el 99% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -58- se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 244 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- y se transfirió a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 54 g/h.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 4% en peso de carbonato de di(5-metilhexilo), aproximadamente el 19% en peso de carbonato de (5-metilhexil)fenilo y aproximadamente el 70% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 190 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 300°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 101,3 kPa (presión atmosférica), y la relación de reflujo era de aproximadamente 6. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- y se transfirió a través del conducto -88- a una velocidad de aproximadamente 87 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 103 g/h.

El condensado del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 8% en peso de carbonato de di(5-metilhexilo), aproximadamente el 37% en peso de carbonato de 5-metilhexilfenilo y aproximadamente el 55% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente el 4% en peso de carbonato de (5-metilhexil)fenilo y aproximadamente el 96% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

Ejemplo 16

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.224 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-dibutylodiestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un

autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 100 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 130°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a la velocidad de aproximadamente 0,06 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilo contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

(Etapa (3))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, la etapa (3) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (2), el líquido residual recogido en el depósito -32- y aproximadamente 2.150 g (29 moles) de 1-butanol se introdujeron en un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1-, en el que el líquido residual y 1-butanol se introdujeron a través del conducto -35- y el conducto -3-, respectivamente. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- a una velocidad de 0,1 Nl/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a partir del conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- y el condensado resultante, concretamente, una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua, se transfirió al depósito -7-. Después de la reacción, el líquido residual en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, el líquido residual se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de

reducción de la presión y un calentador. A continuación, el líquido residual recogido en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida, para gasificar de este modo el alcohol sin reaccionar contenido en el líquido residual. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual (del que se había eliminado el alcohol) en el aparato -11- se descargó de éste, y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido recogido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el líquido contenía dibutóxido de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

El líquido recogido en el depósito -23- se recicló a la etapa (1), y un ciclo de etapas (1) a (3) se realizó repetidamente.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 40 g de fenol y 8 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, obteniendo de este modo el catalizador A.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador A se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 10% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 180 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 240°C, la presión en la parte superior de la columna era de $1,5 \times 10^5$ Pa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 35 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 145 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 29% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 71% en peso de fenol y aproximadamente el 0,2% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 13% en peso de fenol, aproximadamente el 56% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 17% en peso de carbonato de butilfenilo, aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo y el 0,7% en peso de éter butilfenílico, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 12% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 219 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 235°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 26 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para

condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 164 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 52 g/h.

El condensado recogido en el depósito -126- contenía aproximadamente el 0,1% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 17% en peso de fenol, aproximadamente el 80% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 1% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 1,5% en peso de éter butilfenílico, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,5% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 17% en peso de carbonato de butilfenilo, aproximadamente el 30% en peso de carbonato de difenilo y aproximadamente el 0,2% en peso de éter butilfenílico, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido recogido en el depósito 58 tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 52% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 210 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 130°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 9 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,7. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 61 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 149 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía casi el 100% en peso de 1-butanol, en base al peso del condensado, y no contenía sustancialmente fenol (no se detectó fenol en el análisis del condensado). Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 0,3% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 99% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual, y no contenía sustancialmente 1-butanol (no se detectó 1-butanol en el análisis del líquido residual).

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -58- se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en una columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 346 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- y se transfirió a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 180 g/h.

El condensado extraído del condensador -74- a través del conducto -77- contenía aproximadamente el 1% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 36% en peso de carbonato de butilfenilo, aproximadamente el 62% en peso de carbonato de difenilo y el 0,4% en peso de éter butilfenílico, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído del conducto -74- a través del conducto -77- se introdujo a través del

conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 167 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 218°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 9 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- y se transfirió a través del conducto -88- al depósito -140- a una velocidad de aproximadamente 63 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 104 g/h.

El condensado extraído del condensador -85- a través del conducto -88- contenía aproximadamente el 3% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 96% en peso de carbonato de butilfenilo, aproximadamente 400 ppm en peso de carbonato de difenilo y aproximadamente el 1% en peso de éter butilfenílico, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente 300 ppm en peso de carbonato de butilfenilo y casi el 100% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

(Reciclado del carbonato de dialquilo)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 12, el reciclado del carbonato de dialquilo se realizó de la siguiente manera.

El condensado (extraído de la parte superior de la columna de destilación -83- a través del conducto -88- al depósito -140- en la etapa de purificación del carbonato de diarilo mencionada anteriormente) se introdujo de forma continua a través del conducto -114- (equipado con el precalentador -115-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -116- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 189 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -116- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -123- al hervidor -122- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -116-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -116- era de 165°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 9 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 6. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -116- se transfirió a través del conducto -117- al condensador -118-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -118- y se transfirió a través del conducto -121- al depósito -125- para carbonato de dialquilo a una velocidad de aproximadamente 4,5 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -116- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -123- al depósito -124- a una velocidad de aproximadamente 184,5 g/h.

El condensado extraído a través del conducto -121- al depósito -125- contenía aproximadamente el 96% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 2,5% de éter butilfenílico y aproximadamente el 1,5% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -124- contenía aproximadamente el 0,5% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 1% de éter butilfenílico, aproximadamente el 98% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente 400 ppm en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -125- en la etapa de reciclado del carbonato de dialquilo mencionada anteriormente, fenol y el catalizador A se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente

de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 240°C, la presión en la parte superior de la columna era de $1,5 \times 10^5$ Pa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 51 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 219 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 29% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 71% en peso de fenol y aproximadamente el 0,2% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 13% en peso de fenol, aproximadamente el 55% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 17% en peso de carbonato de butilfenilo, aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo, y el 3,5% en peso de éter butilfenílico, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 11% en peso.

Ejemplo comparativo 1

Se produce un carbonato aromático sin realizar la etapa (2) o (3), de la siguiente manera.

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.223 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

(Etapa (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se

realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

5 Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

10 Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él. La mezcla de reacción después de la reacción se extrajo de una parte inferior del autoclave y se transfirió a un depósito.

La etapa de producción de dialcóxido de dibutilestaño mencionada anteriormente y la etapa (1) se realizaron repetidamente.

15 (Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

20 Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, en el que la cantidad de agua eliminada mediante destilación era de aproximadamente 2,5 g. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló a partir de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

25 (Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

30 El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito en la etapa (1), fenol y el catalizador B se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de aproximadamente 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) que
35 tenía 40 bandejas de tamiz en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 300 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La
40 destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 230°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 150 KPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44-
45 al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 76 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 224 g/h.

50 El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 98% en peso de 1-butanol y aproximadamente el 2% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 13% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 3% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

55 (Reciclado del alcohol y el carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 10, el reciclado del alcohol y el carbonato aromático se realizó de la siguiente manera.

60 El condensado (extraído del condensador -41- a través del conducto -44- al depósito -138- en la etapa (4)) se introdujo a través del conducto -92- (equipado con el precalentador -93-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -94- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 220 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -94- se extrajo de la parte
65 inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -101- al hervidor -100- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -94-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para

realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -94- era de 207°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 101,3 kPa (presión atmosférica), y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -94- se transfirió a través del conducto -95- al condensador -96-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -96- y se transfirió a través del conducto -99- al depósito de alcohol -139- a una velocidad de aproximadamente 216 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -94- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -99- a un depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 216 g/h.

El condensado recogido en el depósito de alcohol -139- contenía casi el 100% en peso de 1-butanol, en base al peso del condensado, y no contenía sustancialmente fenol ni sustancialmente carbonato de dibutilo (no se detectó fenol ni carbonato de dibutilo en el análisis del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -102- contenía casi el 100% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del líquido residual, y no contenía sustancialmente butanol ni sustancialmente fenol (no se detectó butanol ni fenol en el análisis del líquido residual).

Ejemplo comparativo 2

Se produce un carbonato aromático sin realizar la etapa (3), de la siguiente manera.

(Producción de dialcóxido de dibutilestaño)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 3, se produjeron dialcóxidos de dibutilestaño de la siguiente manera.

En un recipiente de reacción de acero inoxidable de 5 litros -1- equipado con un agitador, un calentador y un deflector se cargaron 75 g (0,3 moles) de óxido de dibutilestaño y 2.223 g (30 moles) de 1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), en el que el óxido de dibutilestaño se introdujo a través del conducto -4- provisto en la parte superior del recipiente de reacción -1-, y se introdujo 1-butanol desde el depósito de alcohol -16- a través del conducto -3- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Además, se introdujo gas de nitrógeno en el recipiente de reacción -1- a través de un tubo de acero inoxidable conectado al conducto de gas inerte -2- provisto en una parte inferior del recipiente de reacción -1- a una velocidad de 0,1 Nℓ/h.

Posteriormente, el contenido del recipiente de reacción -1- se calentó mientras se agitaba, para ajustar su temperatura en el intervalo de 113°C al punto de ebullición de 1-butanol, realizando de este modo una reacción durante aproximadamente 6 horas mientras se descargaban los componentes de bajo punto de ebullición en forma de un gas a través de un conducto de descarga de gas -5- provisto en una parte superior del recipiente de reacción -1-. Durante la reacción, el gas descargado desde el conducto -5- se transfirió a través del condensador -6- al depósito -7- en el que se obtuvo una mezcla líquida que contenía 1-butanol y agua. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida resultante en el recipiente de reacción -1- se extrajo a partir del conducto de extracción -8- y se transfirió al depósito -9-. Desde el depósito -9-, la mezcla de reacción líquida se transfirió a través del conducto -10- al aparato -11- para eliminar alcohol, que estaba equipado con un agitador, un dispositivo de reducción de la presión y un calentador.

La operación mencionada anteriormente se repitió dos veces (es decir, la operación mencionada anteriormente se realizó tres veces en total). A continuación, la mezcla de reacción líquida recogida en el aparato -11- para eliminar alcohol se calentó a presión reducida para gasificar, de este modo, el alcohol sin reaccionar contenido en la mezcla de reacción líquida. El alcohol gasificado se descargó desde el conducto -21-, y se transfirió a través del condensador -6- al depósito -16-. El líquido residual del que se había eliminado el alcohol se descargó desde el aparato -11- y se transfirió a través del conducto -12- al depósito -23-.

Se analizó el líquido obtenido en el depósito -23-. Como resultado, se descubrió que el peso del líquido era de aproximadamente 320 g, y que el líquido contenía aproximadamente 0,54 moles de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente 0,18 moles de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiloxidiestanoxano.

(Etapas (1))

Aproximadamente 107 g del líquido obtenido en el depósito -23- se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4

MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía 0,06 moles de carbonato de dibutilo, y que toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,07 moles de carbonato de dibutilo.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapas (2))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 4, la etapa (2) se realizó de la siguiente manera.

Después de la etapa (1), la mezcla de reacción resultante se extrajo de la parte inferior del autoclave, y se transfirió a través del conducto -133- al recipiente -25- para eliminar dióxido de carbono, en el que la atmósfera en el recipiente -25- se había purgado con nitrógeno. A continuación, la mezcla de reacción en el recipiente -25- se calentó a 80°C en atmósfera de nitrógeno durante aproximadamente 5 minutos mientras se agitaba, y el dióxido de carbono liberado de ésta se purgó del recipiente -25-. La mezcla resultante se extrajo del recipiente -25- a través del conducto -26- y se recogió en el depósito -131-.

Al aparato de destilación en película fina -30- (E-420; fabricado y comercializado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) se le conectó la columna de destilación de fases múltiples -27- (diámetro interno: 5 cm) que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro). El líquido recogido en el depósito -131- se introdujo en la columna de destilación de fases múltiples -27- a través del conducto -132- (que estaba provisto en una parte media de la columna de destilación -27-) a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y la destilación se realizó a una relación de reflujo de aproximadamente 0,2. El aparato de destilación en película fina -30- estaba equipado con una camisa de calentamiento en la que se hizo circular un medio de calentamiento que tenía una temperatura de 145°C, y la presión interna (presión en la parte superior de la columna) se redujo a aproximadamente 1,3 kPa. Los componentes volatilizados se extrajeron de la parte superior de la columna de destilación -27- y se transfirieron al condensador -28- para condensar los componentes volatilizados, y el condensado resultante se recogió en el depósito -29-. El líquido residual en el aparato de destilación en película fina -30- se extrajo por medio de una bomba y se transfirió a través del conducto -31- al depósito -32-. Con respecto a los componentes volatilizados extraídos de la parte superior de la columna de destilación -27-, se descubrió que el carbonato de dibutilo se extrajo y se transfirió al depósito -29- a la velocidad de aproximadamente 0,06 mol/h, y que no había sustancialmente dióxido de dibutilestano contenido en su interior. Además, con respecto al líquido residual extraído del aparato de destilación en película fina -30-, se descubrió que el líquido residual se transfirió al depósito -32- a una velocidad de aproximadamente 90 g/h, y que no se detectó carbonato de dibutilo mediante cromatografía de gases (GC).

La etapa de dióxido de dibutilestano mencionada anteriormente, la etapa (1) y la etapa (2) se realizaron repetidamente.

(Etapas (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 79 g de fenol y 32 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, en el que la cantidad de agua eliminada mediante destilación era de aproximadamente 2,5 g. A continuación, una cantidad en exceso de fenol se destiló a partir de una parte superior del recipiente de reacción, obteniendo de este modo el catalizador B.

(Producción del carbonato aromático)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 5, la etapa (4) se realizó de la siguiente manera.

El condensado (que contenía carbonato de dibutilo) recogido en el depósito -29- en la etapa (2), fenol y el catalizador B se mezclaron conjuntamente para obtener una mezcla líquida que tenía una relación en peso de carbonato de dibutilo/fenol de aproximadamente 65/35 y un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso. La mezcla líquida obtenida se introdujo de forma continua a través del conducto -37- (equipado con el precalentador -38-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -39- (altura: 2 m; diámetro interno: aproximadamente 5 cm) que tenía 40 bandejas de tamiz en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 270 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -46- al hervidor -45- y, a continuación, se recicla a la columna de destilación -39-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la

destilación. La destilación reactiva se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido recogido en la parte inferior de la columna de destilación -39- era de 221°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 150 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -39- se transfirió a través del conducto -40- al condensador -41-, para, de este modo, condensar el gas. El condensado resultante se extrajo del condensador -41- y se transfirió a través del conducto -44- al depósito -138- a una velocidad de aproximadamente 67 g/h. El líquido en la columna de destilación -39- se extrajo de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -46- al depósito -47- a una velocidad de aproximadamente 201 g/h.

El condensado recogido en el depósito -138- contenía aproximadamente el 23% en peso de 1-butanol, aproximadamente el 73% en peso de fenol y aproximadamente el 4% en peso de carbonato de dibutilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido recogido en el depósito -47- contenía aproximadamente el 12% en peso de fenol, aproximadamente el 67% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 18% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido recogido en el depósito -47-. Además, el líquido recogido en el depósito -47- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 1% en peso.

(Etapa (5))

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 6, la etapa (5) se realizó de la siguiente manera.

El líquido recogido en el depósito -47- se introdujo a través del conducto -48- (equipado con el precalentador -49-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -50- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 201 g/h, para realizar simultáneamente, de este modo, una reacción y una destilación (es decir, destilación reactiva). Durante la destilación reactiva, el líquido en la columna de destilación -50- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -57- al hervidor -56- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -50-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la reacción y la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -50- era de 235°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 26 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -50- se transfirió a través del conducto -51- al condensador -52-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -52- y se transfirió a través del conducto -55- al depósito -126- a una velocidad de aproximadamente 176 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -50- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -57- al depósito -58- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

El condensado recogido en el depósito -126- contenía aproximadamente 300 ppm en peso de 1-butanol, aproximadamente el 14% en peso de fenol, aproximadamente el 84% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 1% en peso de carbonato de butilfenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -58- contenía aproximadamente el 0,5% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 31% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 59% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual. Además, el líquido recogido en el depósito -58- tenía un contenido de Pb de aproximadamente el 10% en peso.

(Reciclado del alcohol)

Utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 7, el reciclado del alcohol se realizó de la siguiente manera.

El condensado recogido en el depósito -138- en la etapa (4) se introdujo a través del conducto -59- (equipado con el precalentador -60-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -61- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 201 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -61- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -68- al hervidor -67- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -61-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -61- era de 116°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 13 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 0,5. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -61- se transfirió a través del conducto -62- al condensador -63-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -63- y se transfirió a través del conducto -66- al depósito de alcohol -135- a una velocidad de aproximadamente 46 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -61- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -68- al depósito -69- a una velocidad de aproximadamente 155 g/h.

El condensado recogido en el depósito -135- contenía casi el 100% en peso de 1-butanol, en base al peso del condensado, y no contenía sustancialmente fenol (no se detectó fenol en el análisis del condensado). Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -69- contenía aproximadamente el 5% en peso de carbonato de dibutilo y aproximadamente el 95% en peso de fenol, en base al peso del líquido residual.

(Purificación del carbonato de diarilo)

Utilizando dispositivos tales como se muestran en las figuras 8 y 9, se realizó la purificación de un carbonato de diarilo de la siguiente manera.

El líquido residual recogido en el depósito -58- en la etapa (5) se introdujo a través del conducto -70- (equipado con el precalentador -71-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -72- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 273 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -72- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -79- al hervidor -78- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -72-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -72- era de 210°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 1,5 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 1. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -72- se transfirió a través del conducto -73- al condensador -74-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -74- y se transfirió a través del conducto -77-. El líquido residual en la columna de destilación -72- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -79- al depósito -80- a una velocidad de aproximadamente 27 g/h.

El condensado extraído del conducto -77- contenía aproximadamente el 0,6% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 34% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 65% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado.

Posteriormente, el condensado extraído a través del conducto -77- se introdujo de forma continua a través del conducto -81- (equipado con el precalentador -82-) en la columna de destilación continua de fases múltiples -83- (diámetro interno: aproximadamente 5 cm; altura: 2 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma a una velocidad de aproximadamente 246 g/h, para realizar, de este modo, una destilación. Durante la destilación, el líquido en la columna de destilación -83- se extrajo de la parte inferior de la misma. Una parte del líquido extraído se transfirió a través del conducto -90- al hervidor -89- y, a continuación, se recicló a la columna de destilación -83-, para suministrar una cantidad suficiente de calor para realizar la destilación. La destilación se realizó en condiciones en las que la temperatura del líquido en la parte inferior de la columna de destilación -83- era de 211°C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 7 kPa, y la relación de reflujo era de aproximadamente 2. Un gas destilado a partir de la parte superior de la columna de destilación -83- se transfirió a través del conducto -84- al condensador -85-, para condensar, de este modo, el gas destilado. El condensado resultante se extrajo de forma continua del condensador -85- y se transfirió a través del conducto -88- al depósito -140- a una velocidad de aproximadamente 85 g/h. El líquido residual en la columna de destilación -83- se extrajo de forma continua de la parte inferior de la misma y se transfirió a través del conducto -90- al depósito -91- a una velocidad de aproximadamente 161 g/h.

El condensado transferido a través del conducto -88- al depósito -140- contenía aproximadamente el 1,6% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente el 98% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 0,4% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del condensado. Por otro lado, el líquido residual recogido en el depósito -91- contenía aproximadamente el 0,2% en peso de carbonato de butilfenilo y aproximadamente el 99% en peso de carbonato de difenilo, en base al peso del líquido residual.

(Etapa (1))

Aproximadamente 94 g del líquido (que contenía un metal) recogido en el depósito -32- en la etapa (2) se introdujeron a través del conducto -24- en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que toda la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la

reacción contenía 0,003 moles de carbonato de dibutilo, y toda la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía aproximadamente 0,004 moles de carbonato de dibutilo.

- 5 Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

Ejemplo 17

(Síntesis de di(3-metilbutóxido) de dibutilestano)

- 10 En un matraz de cuatro bocas de 1 litro equipado con un tubo de refrigeración (que estaba conectado a un controlador de vacío y una bomba de vacío) y una trampa de Dean-Stark se cargaron 70,5 g (0,28 moles) de óxido de dibutilestano (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), 502 g (5,7 moles) de 3-metil-1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos). Además, se colocó un agitador en el matraz.

- 15 El matraz se sumergió en un baño de aceite que tenía una temperatura de 140°C, y la presión en el matraz se redujo gradualmente a aproximadamente 90 kPa mientras se agitaba el contenido del matraz. A continuación, la presión en el matraz se redujo aún más a 85 kPa mientras se agitaba el contenido del matraz y se extraía un destilado del matraz, y se realizó una reacción a 85 kPa durante 12 horas mientras se extraía adicionalmente un destilado del matraz. Posteriormente, los componentes sin reaccionar (tales como un alcohol sin reaccionar) en el matraz se eliminaron mediante destilación del matraz durante 30 minutos mientras se reducía gradualmente la presión en el matraz a aproximadamente 200 Pa. A continuación se sacó el matraz del baño de aceite, y el interior del matraz se refrigeró. A continuación, se introdujo gas de nitrógeno en el matraz para elevar la presión en el matraz a presión atmosférica. Mediante esta operación, se obtuvieron 127 g de un líquido viscoso.

- 25 Se analizó el destilado extraído del matraz. Como resultado, se descubrió que el destilado contenía aproximadamente 260 mmoles de agua. El líquido viscoso obtenido anteriormente se analizó mediante RMN. Como resultado, se descubrió que el líquido viscoso contenía di(3-metilbutóxido) de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(3-metilbutoxi)diestanoxano.

- 30 (Etapa (1))

- 114 g del líquido viscoso obtenido anteriormente se cargaron en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

- 45 Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía carbonato de di(3-metilbutilo) en una cantidad del 18% molar, en términos del % molar del carbonato de di(3-metilbutilo), en base a la cantidad molar del átomo de estaño contenido en el líquido viscoso, y que la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía carbonato de di(3-metilbutilo) en una cantidad del 20,4% molar, en términos del % molar del carbonato de di(3-metilbutilo), en base a la cantidad molar del átomo de estaño contenido en el líquido viscoso.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

- 55 Después de la etapa (1), el contenido del autoclave se enfrió a temperatura ambiente (aproximadamente 20°C), y aproximadamente 6 g de agua destilada se cargaron en el autoclave, seguido de agitación durante 30 minutos, realizando de este modo una reacción. A continuación, se interrumpió la agitación y se abrió el autoclave. Se descubrió que se obtenía una suspensión blanca en el autoclave. La suspensión blanca se sometió a filtración para obtener, de este modo, sólidos blancos y un filtrado. El filtrado se cargó en un matraz en forma de berenjena de 100 ml equipado con un tubo de refrigeración, una bomba de vacío y un controlador de vacío (fabricado y comercializado por Okano Works, Ltd., Japón). Además, se colocó un agitador en el matraz. A continuación, el matraz se sumergió en un baño de aceite que tenía una temperatura de 140°C.

- 65 Se realizó una destilación a 140°C mientras se agitaba el contenido del matraz y se reducía gradualmente la presión en el matraz. Durante la destilación, se destilaron en primer lugar agua y 3-metil-1-butanol del matraz y, a

continuación, se destiló carbonato de di(3-metilbutilo) del matraz. La cantidad de carbonato de di(3-metilbutilo) obtenido de este modo era de aproximadamente 11 g.

(Etapa (3))

En un matraz de cuatro bocas de 1 litro equipado con un tubo de refrigeración (que estaba conectado a un controlador de vacío y una bomba de vacío) y una trampa de Dean-Stark se cargaron los sólidos blancos obtenidos en la etapa (2) anterior, 502 g (5,7 moles) de 3-metil-1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos). Además, se colocó un agitador en el matraz.

El matraz se sumergió en un baño de aceite que tenía una temperatura de 140°C, y la presión en el matraz se redujo gradualmente a aproximadamente 90 kPa mientras se agitaba el contenido del matraz. A continuación, la presión en el matraz se redujo aún más a 85 kPa mientras se agitaba el contenido del matraz y se extraía un destilado del matraz, y se realizó una reacción a 85 kPa durante 12 horas mientras se extraía adicionalmente un destilado del matraz. Seguidamente, los componentes sin reaccionar (tales como un alcohol sin reaccionar) en el matraz se eliminaron del matraz durante 30 minutos mientras se reducía gradualmente la presión en el matraz a aproximadamente 200 Pa. A continuación se sacó el matraz del baño de aceite, y el interior del matraz se refrigeró. A continuación, se introdujo gas de nitrógeno en el matraz para elevar la presión en el matraz a presión atmosférica. Mediante esta operación, se obtuvieron 112 g de un líquido viscoso.

El líquido viscoso obtenido anteriormente se analizó mediante RMN. Como resultado, se descubrió que el líquido viscoso contenía di(3-metilbutóxido) de dibutilestano y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(3-metilbutoxi)diestanoxano.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 40 g de fenol y 8 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, obteniendo de este modo el catalizador A.

(Producción del carbonato aromático)

En un autoclave de 100 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) se cargaron aproximadamente 11 g del carbonato de di(3-metilbutilo) obtenido en la etapa (2) anterior, 49 g de fenol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos) (que había sido purificado mediante destilación) y el catalizador A obtenido anteriormente, en el que la cantidad de catalizador A era tal que el contenido de Pb de la mezcla resultante en el autoclave se convirtió en el 0,4% en peso. A continuación, el autoclave se selló, y se realizó una reacción entre el carbonato de di(3-metilbutilo) y el fenol de la siguiente manera. La atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, se cerraron todas las válvulas del autoclave, y se inició la agitación del contenido del autoclave. En el autoclave, se realizó una reacción de la siguiente manera. La temperatura interna del autoclave se elevó a 230°C mientras se agitaba el contenido del autoclave. Se introdujo gas de nitrógeno en el autoclave desde su parte inferior a una velocidad de 50 ml/minuto mientras se controlaba la presión interna del autoclave en el intervalo de 100 a 200 kPa accionando apropiadamente una válvula provista en una parte superior del autoclave, para realizar, de este modo, una destilación durante aproximadamente 4 horas para eliminar por destilación un componente gaseoso del autoclave. Posteriormente, se detuvo la introducción de nitrógeno en el autoclave, y se dejó enfriar a la mezcla de reacción resultante en el autoclave.

Se analizó la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que la mezcla de reacción contenía aproximadamente 28 mmoles de carbonato de di(3-metilbutilo), aproximadamente 21 mmoles de carbonato de 3-metilbutilfenilo y aproximadamente 2,6 mmoles de carbonato de difenilo.

La mezcla de reacción en el autoclave se cargó en un matraz de tres bocas de 100 ml equipado con un tubo de refrigeración (que estaba conectado a un controlador de vacío y una bomba de vacío) y una trampa de Dean-Stark. Además, se colocó un agitador en el matraz. A continuación, el matraz se sumergió en un baño de aceite que tenía una temperatura de 150°C. La presión en el matraz se redujo gradualmente a aproximadamente 100 kPa mientras se agitaba el contenido del matraz, realizando de este modo una reacción. Durante la reacción, fenol y carbonato de di(3-metil-1-butilo) sin reaccionar se destilaron del matraz. La mezcla de reacción líquida resultante comprendía principalmente carbonato de 3-metilbutilfenilo y carbonato de difenilo.

(Etapa (1) realizada por segunda vez)

110 g del líquido viscoso obtenido en la etapa (3) anterior se cargaron en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido

de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía carbonato de di(3-metilbutilo) en una cantidad del 18% molar, en términos del % molar del carbonato de di(3-metilbutilo), en base a la cantidad molar del átomo de estaño contenido en el líquido viscoso, y que la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía carbonato de di(3-metilbutilo) en una cantidad del 21% molar, en términos del % molar del carbonato de di(3-metilbutilo), en base a la cantidad molar del átomo de estaño contenido en el líquido viscoso.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

Ejemplo 18

(Síntesis de di(3-metilbutóxido) de dibutilestaño)

En un matraz de cuatro bocas de 1 litro equipado con un tubo de refrigeración (que estaba conectado a un controlador de vacío y una bomba de vacío) y una trampa de Dean-Stark se cargaron 70,5 g (0,28 moles) de óxido de dibutilestaño (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos), 502 g (5,7 moles) de 3-metil-1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos). Además, se colocó un agitador en el matraz.

El matraz se sumergió en un baño de aceite que tenía una temperatura de 140°C, y la presión en el matraz se redujo gradualmente a aproximadamente 90 kPa mientras se agitaba el contenido del matraz. A continuación, la presión en el matraz se redujo aún más a 85 kPa mientras se agitaba el contenido del matraz y se extraía un destilado del matraz. A continuación, se realizó una reacción a 85 kPa durante 12 horas mientras se extraía adicionalmente un destilado del matraz. Posteriormente, los componentes sin reaccionar (tales como un alcohol sin reaccionar) en el matraz se eliminaron del matraz durante 30 minutos mientras se reducía gradualmente la presión en el matraz a aproximadamente 200 Pa. A continuación se sacó el matraz del baño de aceite, y el interior del matraz se refrigeró. A continuación, se introdujo gas de nitrógeno en el matraz para elevar la presión en el matraz a presión atmosférica. Mediante esta operación, se obtuvieron 127 g de un líquido viscoso.

Se analizó el destilado. Como resultado, se descubrió que el destilado contenía aproximadamente 260 mmoles de agua. El líquido viscoso obtenido anteriormente se analizó mediante RMN. Como resultado, se descubrió que el líquido viscoso contenía di(3-metilbutóxido) de dibutilestaño y 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-di(3-metilbutoxi)diestanoxano.

(Etapa (1))

114 g del líquido viscoso obtenido anteriormente se cargaron en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía carbonato de di(3-metilbutilo) en una cantidad del 18% molar, en términos del % molar del carbonato de di(3-metilbutilo), en base a la cantidad molar del átomo de estaño contenido en el líquido viscoso, y que la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía carbonato de di(3-metilbutilo) en una cantidad del 20,4% molar, en términos del % molar del carbonato de di(3-metilbutilo), en base a la cantidad molar del átomo de estaño contenido en el líquido viscoso.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

(Etapa (2))

Después de la etapa (1), el contenido del autoclave se enfrió a temperatura ambiente (aproximadamente 20°C), y

aproximadamente 6 g de agua destilada se cargaron en el autoclave, seguido de agitación durante 30 minutos, realizando de este modo una reacción. A continuación, se interrumpió la agitación y se abrió el autoclave. Se descubrió que se obtenía una suspensión blanca en el autoclave. La suspensión blanca se sometió a filtración para obtener, de este modo, sólidos blancos y un filtrado. El filtrado se cargó en un matraz en forma de berenjena de 100 ml equipado con un tubo de refrigeración, una bomba de vacío y un controlador de vacío (fabricado y comercializado por Okano Works, Ltd., Japón). Además, se colocó un agitador en el matraz. A continuación, el matraz se sumergió en un baño de aceite que tenía una temperatura de 140°C.

Se realizó una destilación a 140°C mientras se agitaba el contenido del matraz mientras se reducía gradualmente la presión en el matraz. Durante la destilación, se destilaron en primer lugar agua y 3-metil-1-butanol del matraz y, a continuación, se destiló carbonato de di(3-metilbutilo) del matraz. La cantidad de carbonato de di(3-metilbutilo) obtenido de este modo era de aproximadamente 11 g.

(Etapa (3))

En un matraz de cuatro bocas de 1 litro equipado con un tubo de refrigeración (que estaba conectado a un controlador de vacío y una bomba de vacío) y una trampa de Dean-Stark se cargaron los sólidos blancos obtenidos en la etapa (2), 502 g (5,7 moles) de 3-metil-1-butanol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos). Además, se colocó un agitador en el matraz.

El matraz se sumergió en un baño de aceite que tenía una temperatura de 140°C, y la presión en el matraz se redujo gradualmente a aproximadamente 90 kPa mientras se agitaba el contenido del matraz. A continuación, la presión en el matraz se redujo aún más a 85 kPa mientras se agitaba el contenido del matraz y se extraía un destilado del matraz, y se realizó una reacción a 85 kPa durante 12 horas mientras se extraía adicionalmente un destilado del matraz. Posteriormente, los componentes sin reaccionar (tales como un alcohol sin reaccionar) en el matraz se eliminaron del matraz durante 30 minutos mientras se reducía gradualmente la presión en el matraz a aproximadamente 200 Pa. A continuación se sacó el matraz del baño de aceite, y el interior del matraz se refrigeró. A continuación, se introdujo gas de nitrógeno en el matraz para elevar la presión en el matraz a presión atmosférica. Mediante esta operación, se obtuvieron 112 g de un líquido viscoso.

El líquido viscoso obtenido anteriormente se analizó mediante RMN. Como resultado, se descubrió que el líquido viscoso contenía di(3-metilbutóxido) de dibutilestaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(3-metilbutoxi)diestanoxano.

(Etapa (4))

(Preparación del catalizador)

Se mezclaron conjuntamente 40 g de fenol y 8 g de monóxido de plomo, y la mezcla resultante se cargó en un recipiente de reacción. A continuación, la mezcla se calentó a 180°C durante 10 horas mientras se eliminaba por destilación el agua subproducida con fenol, obteniendo de este modo el catalizador A.

(Producción del carbonato aromático)

En un autoclave de 100 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) se cargaron aproximadamente 11 g del carbonato de di(3-metilbutilo) obtenido en la etapa (2) anterior, 49 g de fenol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos) (que había sido purificado mediante destilación) y el catalizador A obtenido anteriormente, en el que la cantidad de catalizador A era tal que el contenido de Pb de la mezcla resultante en el autoclave se convirtió en el 0,4% en peso. A continuación, el autoclave se selló, y se realizó una reacción entre el carbonato de di(3-metilbutilo) y el fenol de la siguiente manera. La atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, se cerraron todas las válvulas del autoclave, y se inició la agitación del contenido del autoclave. La temperatura interna del autoclave se elevó a 230°C mientras se agitaba el contenido del autoclave. Se introdujo gas de nitrógeno en el autoclave desde su parte inferior a una velocidad de 50 ml/minuto mientras se controlaba la presión interna del autoclave en el intervalo de 100 a 200 kPa accionando apropiadamente las válvulas en una parte superior del autoclave, para realizar, de este modo, una destilación durante aproximadamente 4 horas para eliminar por destilación un componente gaseoso del autoclave. Posteriormente, se detuvo la introducción de nitrógeno en el autoclave, y se dejó enfriar a la mezcla de reacción resultante en el autoclave.

Se analizó la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que la mezcla de reacción contenía aproximadamente 28 mmoles de carbonato de di(3-metilbutilo), aproximadamente 21 mmoles de carbonato de 3-metilbutilfenilo y aproximadamente 2,6 mmoles de carbonato de difenilo.

La mezcla de reacción en el autoclave se cargó en un matraz de tres bocas de 100 ml equipado con un tubo de refrigeración (que estaba conectado a un controlador de vacío y una bomba de vacío) y una trampa de Dean-Stark. Además, se colocó un agitador en el matraz. A continuación, el matraz se sumergió en un baño de aceite que tenía una temperatura de 150°C. La presión en el matraz se redujo gradualmente a aproximadamente 100 kPa mientras se agitaba el contenido del matraz, realizando de este modo una reacción. Durante la reacción, fenol y carbonato de

di(3-metil-1-butilo) sin reaccionar se destilaron del matraz. La mezcla de reacción líquida resultante comprendía principalmente carbonato de 3-metilbutilfenilo y carbonato de difenilo.

(Etapa (5))

Después de la etapa (4), la presión interna del matraz y la temperatura del baño de aceite se ajustaron a aproximadamente 50 kPa y 220°C, respectivamente, y se realizó una reacción durante 6 horas mientras se agitaba. Durante la reacción, se destiló carbonato de di(3-metilbutilo) del matraz. Se analizó la mezcla de reacción resultante obtenida en el matraz. Como resultado, se descubrió que la mezcla de reacción contenía carbonato de difenilo en una cantidad de aproximadamente 26 mmoles.

(Etapa (1) realizada por segunda vez)

110 g del líquido viscoso obtenido en la etapa (3) anterior se introdujeron en un autoclave de 200 ml (fabricado y comercializado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) que tenía una bomba de gas de dióxido de carbono conectada a él a través de un tubo de acero inoxidable y una válvula. El autoclave se selló, y la atmósfera en el autoclave se purgó con gas de nitrógeno. A continuación, la válvula mencionada anteriormente se abrió para introducir gas de dióxido de carbono que tenía su presión ajustada a 5 MPa en el autoclave. La introducción de gas de dióxido de carbono en el autoclave se realizó durante 10 minutos mientras se agitaba el contenido del autoclave y, a continuación, se detuvo cerrando la válvula de la bomba de gas de dióxido de carbono. Posteriormente, la temperatura interna del autoclave se elevó a 120°C mientras se agitaba. A continuación, se realizó una reacción durante 4 horas mientras se mantenía la presión interna del autoclave a aproximadamente 4 MPa.

Durante la reacción y después de la misma, se tomaron y se analizaron muestras de la mezcla de reacción en el autoclave. Como resultado, se descubrió que la mezcla de reacción obtenida 1 hora después del inicio de la reacción contenía carbonato de di(3-metilbutilo) en una cantidad del 18% molar, en términos del % molar del carbonato de di(3-metilbutilo), en base a la cantidad molar del átomo de estaño contenido en el líquido viscoso, y que la mezcla de reacción obtenida 4 horas después del inicio de la reacción (es decir, la mezcla de reacción después de la reacción) contenía carbonato de di(3-metilbutilo) en una cantidad del 21% molar, en términos del % molar del carbonato de di(3-metilbutilo), en base a la cantidad molar del átomo de estaño contenido en el líquido viscoso.

Después de la reacción, se refrigeró el interior del autoclave, y el dióxido de carbono se purgó de él.

Ejemplo 19

(Producción de diisocianato de hexametileno a partir del carbonato de difenilo obtenido en el ejemplo 4)

En un matraz de 500 ml equipado con un agitador, un termómetro y un embudo de decantación se cargaron 161 g (0,75 moles) de carbonato de difenilo producido sustancialmente de la misma manera que en el ejemplo 4, y 142 g (1,5 moles) de fenol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos) (que había sido purificado mediante destilación). La atmósfera en el matraz se purgó con gas de nitrógeno seco. El matraz se sumergió en un baño de agua que tenía una temperatura de 50°C, y se agitó el contenido del matraz.

Una vez confirmado que los sólidos en el matraz se habían disuelto, la temperatura del baño de agua se ajustó a 45°C. El embudo de decantación mencionado anteriormente contenía 35 g (0,3 moles) de 1,6-hexametilendiamina (fabricada y comercializada por Aldrich, Estados Unidos) (que se había purificado mediante destilación y mantenido a de 45 a 50°C). La 1,6-hexametilendiamina en el embudo de decantación se decantó en el matraz durante aproximadamente 20 minutos para realizar una reacción mientras se ajustaba la temperatura del contenido del matraz en el intervalo de 50 a 60°C.

Una vez completada la decantación de la 1,6-hexametilendiamina, se realizó adicionalmente una reacción durante 1 hora mientras se agitaba el contenido del matraz y se mantenía la temperatura del contenido del matraz a 50°C ajustando apropiadamente la temperatura del baño de agua, obteniendo de este modo una mezcla de reacción.

La mezcla de reacción obtenida se analizó mediante cromatografía de líquidos de alta resolución y cromatografía de permeación en gel. Como resultado, se descubrió que la conversión de 1,6-hexametilendiamina era el 100% molar, que se produjo éster difenílico del ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico con un rendimiento del 99,6% molar y con una selectividad del 99,6% molar, y que se produjo un compuesto de urea en una cantidad de aproximadamente el 0,4% molar, en base a la cantidad molar de la 1,6-hexametilendiamina.

La mezcla de reacción obtenida anteriormente se introdujo de forma continua a través de un precalentador en una columna de destilación continua de fases múltiples (diámetro interno: 2 pulgadas [5,08 cm]; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma, realizando de este modo una destilación. Durante la destilación, se extrajo una cantidad en exceso de fenol en forma de un gas de una parte superior de la columna y una mezcla de alto punto de ebullición se extrajo de forma continua en forma de un líquido

de una parte inferior de la columna. Durante la destilación, el líquido extraído de una parte inferior de la columna se recicló a la columna a través de un hervidor que tenía una temperatura de 130°C, y la presión en la parte superior de la columna se mantenía a aproximadamente 20 kPa. La mezcla líquida extraída de la parte inferior de la columna se transfirió a través de un conducto y una bomba a otra columna de destilación continua de fases múltiples (diámetro interno: 2 pulgadas [5,08 cm]; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte de la misma que está a 1 m por encima de la parte inferior de la columna, y se realizó la descomposición térmica de la mezcla líquida. Durante la descomposición térmica, se extrajo un líquido de una parte inferior de la columna, y el líquido extraído se recicló a la columna a través de un hervidor que tenía una temperatura de 220°C, y la presión en la parte superior de la columna se mantenía a aproximadamente 2,6 kPa.

Durante la descomposición térmica, una mezcla que contenía diisocianato de hexametileno se extrajo en forma de un gas desde una parte de la columna, que está a 2 m por debajo de la parte superior de la columna, mientras se extraía fenol en forma de un gas desde la parte superior de la columna. La mezcla que contenía diisocianato de hexametileno se introdujo en otra columna de destilación continua de fases múltiples más (diámetro interno: 2 pulgadas [5,08 cm]; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma, y se realizó una destilación para purificar el diisocianato de hexametileno. Durante la destilación para la purificación, se extrajo un líquido de una parte inferior de la columna, y el líquido extraído se recicló a la columna a través de un hervidor que tenía una temperatura de 120°C, y la presión en la parte superior de la columna se mantenía a aproximadamente 130 Pa. Se analizaron un gas extraído de la parte superior de la columna y un líquido extraído de la parte inferior de la columna. Como resultado, se descubrió que el gas extraído de la parte superior de la columna era un producto de diisocianato de hexametileno que tenía una pureza del 99,9% en peso, y el líquido extraído de la parte inferior de la columna comprendía principalmente carbonato de difenilo.

Ejemplo comparativo 3

(Producción de diisocianato de hexametileno a partir de carbonato de difenilo que contiene un compuesto de cloro)

En un matraz de 500 ml equipado con un agitador, un termómetro y un embudo de decantación se cargaron 161 g (0,75 moles) de carbonato de difenilo (fabricado y comercializado por Bayer AG, Alemania) (que contenía 15 ppm en peso de un compuesto de cloro hidrolizable), y 142 g (1,5 moles) de fenol (fabricado y comercializado por Aldrich, Estados Unidos) (que había sido purificado mediante destilación). La atmósfera en el matraz se purgó con gas de nitrógeno seco. A continuación, el matraz se sumergió en un baño de agua que tenía una temperatura de 50°C, y se agitó el contenido del matraz.

Una vez confirmado que los sólidos en el matraz se habían disuelto, la temperatura del baño de agua se ajustó a 45°C. El embudo de decantación mencionado anteriormente contenía 35 g (0,3 moles) de 1,6-hexametilendiamina (fabricada y comercializada por Aldrich, Estados Unidos) (que se había purificado mediante destilación y mantenido a de 45 a 50°C). La 1,6-hexametilendiamina en el embudo de decantación se decantó en el matraz durante aproximadamente 20 minutos para realizar una reacción mientras se ajustaba la temperatura del contenido del matraz en el intervalo de 50 a 60°C.

Una vez completada la decantación de la 1,6-hexametilendiamina, se realizó adicionalmente una reacción durante 1 hora mientras se agitaba el contenido del matraz y se mantenía la temperatura del contenido del matraz a 50°C ajustando apropiadamente la temperatura del baño de agua, obteniendo de este modo una mezcla de reacción.

La mezcla de reacción obtenida se analizó mediante cromatografía de líquidos de alta resolución y cromatografía de permeación en gel. Como resultado, se descubrió que la conversión de 1,6-hexametilendiamina era del 99% molar, que se produjo éster difenílico del ácido N,N'-hexanodil-bis-carbámico con un rendimiento del 99% molar y con una selectividad del 99,6% molar, y que se produjo un compuesto de urea en una cantidad de aproximadamente el 0,5% molar, en base a la cantidad molar de la 1,6-hexametilendiamina.

La mezcla de reacción obtenida anteriormente se introdujo de forma continua a través de un precalentador en una columna de destilación continua de fases múltiples (diámetro interno: 2 pulgadas [5,08 cm]; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media de la misma, realizando de este modo una destilación. Durante la destilación, se extrajo una cantidad en exceso de fenol en forma de un gas de una parte superior de la columna mientras se extraía de forma continua una mezcla de alto punto de ebullición en forma de un líquido de una parte inferior de la columna. Durante la destilación, el líquido extraído de una parte inferior de la columna se recicló a la columna a través de un hervidor que tenía una temperatura de 130°C, y la presión en la parte superior de la columna se mantenía a aproximadamente 20 kPa. La mezcla líquida extraída de la parte inferior de la columna se transfirió a través de un conducto y una bomba a una columna de destilación continua de fases múltiples (diámetro interno: 2 pulgadas [5,08 cm]; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte de la misma que está a 1 m por encima de la parte inferior de la columna, y se realizó la descomposición térmica de la mezcla líquida. Durante la descomposición térmica, se extrajo un líquido de una parte inferior de la columna, y el líquido extraído se recicló a la columna a través de un hervidor que tenía una temperatura de 220°C, y la presión en la parte superior de la columna se mantenía a aproximadamente 2,6 kPa.

Una mezcla que contiene diisocianato de hexametileno se extrajo en forma de un gas de una parte de la columna que está a 2 m por debajo de la parte superior de la columna mientras se extraía fenol en forma de un gas desde la parte superior de la columna. La mezcla que contenía diisocianato de hexametileno se introdujo en otra columna de destilación continua de fases múltiples (diámetro interno: 2 pulgadas [5,08 cm]; altura: 4 m) (que estaba llena de relleno Dixon (6 mm de diámetro)) en una parte media, y se realizó una destilación para purificar el diisocianato de hexametileno. Durante la destilación para la purificación, se extrajo un líquido de una parte inferior de la columna, y el líquido extraído se recicló a la columna a través de un hervidor que tenía una temperatura de 120°C, y la presión en la parte superior de la columna se mantenía a aproximadamente 130 Pa. Se analizaron un gas extraído de la parte superior de la columna y un líquido extraído de la parte inferior de la columna. Como resultado, se descubrió que el gas extraído de la parte superior de la columna era un producto de diisocianato de hexametileno que tenía una pureza del 99,3% y que contenía 5 ppm de un compuesto de cloro hidrolizable, y el líquido extraído de la parte inferior de la columna comprendía principalmente carbonato de difenilo.

Ejemplo 20

(Producción de policarbonato a partir del carbonato de difenilo obtenido en el ejemplo 4)

23,5 g del carbonato de difenilo obtenido en el ejemplo 4 y 22,8 g de bisfenol A se introdujeron en un dispositivo de reacción al vacío equipado con un agitador. (El carbonato de difenilo se analizó mediante RMN, y no se detectó ninguna impureza que contenía un grupo metilo (diferente de un grupo metilo presente en el extremo de un grupo alquilo de cualquier compuesto en el sistema de reacción) en el carbonato de difenilo.) A continuación, se realizó una reacción de polimerización a 8.000 Pa durante 30 minutos y, a continuación, a 4.000 Pa durante 90 minutos, mientras se purgaba la atmósfera en el dispositivo de reacción al vacío con gas de nitrógeno. Seguidamente, la temperatura del contenido del dispositivo de reacción al vacío se elevó a 270°C, y se realizó una reacción de polimerización adicional a 270°C a 70 Pa durante una hora, obteniendo de este modo un policarbonato aromático. El policarbonato aromático obtenido era excelente en términos de color (es decir, incoloro y transparente) y tenía un peso molecular promedio en número de 10.500.

Ejemplo 21

(Producción de policarbonato a partir de carbonato de difenilo que contenía una impureza que tenía un grupo metilo)

Se realizó una reacción de transesterificación entre carbonato de dimetilo y fenol para obtener carbonato de metilfenilo. El carbonato de metilfenilo obtenido se sometió a una reacción de desproporción para obtener un producto de carbonato de difenilo que contenía aproximadamente 90 ppm en peso de carbonato de metilfenilo.

23,5 g del producto de carbonato de difenilo obtenido (que contenía carbonato de metilfenilo) y 22,8 g de bisfenol A se introdujeron en un dispositivo de reacción al vacío equipado con un agitador. A continuación, se realizó una reacción de polimerización a 8.000 Pa durante 30 minutos y, a continuación, a 4.000 Pa durante 90 minutos, mientras se purgaba la atmósfera en el dispositivo de reacción al vacío con gas de nitrógeno. Seguidamente, la temperatura del contenido del dispositivo de reacción al vacío se elevó a 270°C, y se realizó una reacción de polimerización adicional a 270°C a 70 Pa durante una hora, obteniendo de este modo un policarbonato aromático. El policarbonato aromático obtenido era excelente en términos de color (es decir, incoloro y transparente) y tenía un peso molecular promedio en número de 9.500.

Ejemplo comparativo 4

(Producción de policarbonato a partir de carbonato de difenilo que contenía un compuesto de cloro)

23,5 g de carbonato de difenilo (fabricado y comercializado por Bayer AG, Alemania) (que contenía 5 ppm en peso de cloro) y 22,8 g de bisfenol A se introdujeron en un dispositivo de reacción al vacío equipado con un agitador. A continuación, se realizó una reacción a 8.000 Pa durante 30 minutos y, a continuación, a 4.000 Pa durante 90 minutos, mientras se purgaba la atmósfera en el dispositivo de reacción al vacío con gas de nitrógeno. Seguidamente, la temperatura del contenido del dispositivo de reacción al vacío se elevó a 270°C, y se realizó una reacción adicional a 270°C a 70 Pa durante una hora. Sin embargo, mediante las reacciones mencionadas anteriormente, fue imposible obtener un polímero que tuviera un alto peso molecular. Específicamente, la mezcla de reacción obtenida después de la reacción a 270°C a 70 Pa durante una hora contenía solamente una mezcla que contiene compuestos de materia prima sin reaccionar y un oligómero que tenía un peso molecular promedio en número de 800 o menos.

APLICABILIDAD INDUSTRIAL

El método de la presente invención es ventajoso no solamente en que el método no necesita la utilización de ninguna sustancia tóxica y está libre de la generación de cualquier sustancia corrosiva, sino también en que las cantidades de subproductos son muy pequeñas y los productos intermedios generados durante la producción del carbonato aromático deseado pueden reciclarse. Por lo tanto, el método de la presente invención es favorable desde

el punto de vista de la protección medioambiental, y permite una producción sencilla y eficaz de un carbonato aromático de gran pureza.

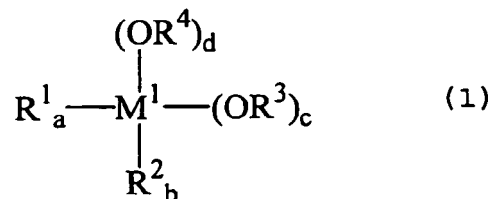
REIVINDICACIONES

1. Método para producir un carbonato aromático, que comprende:

(1) realizar una reacción entre un compuesto organometálico y dióxido de carbono para obtener una mezcla de reacción que contiene un carbonato de dialquilo formado mediante la reacción,

en el que dicho compuesto organometálico tiene un enlace metal-oxígeno-carbono y comprende, como mínimo, un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende:

un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (1):



en la que:

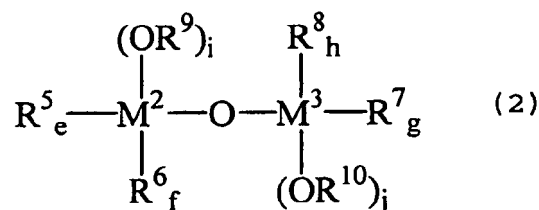
M^1 representa un átomo metálico seleccionado entre el grupo que comprende elementos que pertenecen a los grupos 4 y 14 de la tabla periódica, excepto el silicio;

cada uno de R^1 y R^2 representa independientemente un grupo alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{12}$, un grupo alquenoilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo aralquilo $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ que comprende arilo $\text{C}_6\text{-C}_{19}$ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{14}$ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{14}$, o un grupo arilo $\text{C}_6\text{-C}_{20}$ sin sustituir o sustituido;

cada uno de R^3 y R^4 representa independientemente un grupo alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{12}$, un grupo alquenoilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, o un grupo aralquilo $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ que comprende arilo $\text{C}_6\text{-C}_{19}$ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{14}$ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{14}$; y

cada uno de a y b es un número entero de 0 a 2, $a + b = 0$ a 2, cada uno de c y d es un número entero de 0 a 4, y $a + b + c + d = 4$; y

un compuesto organometálico representado mediante la fórmula (2):



en la que:

cada uno de M^2 y M^3 representa independientemente un átomo metálico seleccionado entre el grupo que comprende elementos que pertenecen a los grupos 4 y 14 de la tabla periódica, excepto el silicio;

cada uno de R^5 , R^6 , R^7 y R^8 representa independientemente un grupo alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{12}$, un grupo alquenoilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo aralquilo $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ que comprende arilo $\text{C}_6\text{-C}_{19}$ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{14}$ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{14}$, o un grupo arilo $\text{C}_6\text{-C}_{20}$ sin sustituir o sustituido;

cada uno de R^9 y R^{10} representa independientemente un grupo alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{12}$, un grupo alquenoilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ de cadena lineal o ramificado, o un grupo aralquilo $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ que comprende arilo $\text{C}_6\text{-C}_{19}$ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{14}$ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_{14}$; y

cada uno de e, f, g y h es un número entero de 0 a 2, $e + f = 0$ a 2, $g + h = 0$ a 2, cada uno de i y j es un número entero de 1 a 3, $e + f + i = 3$, y $g + h + j = 3$,

(2) separar dicho carbonato de dialquilo de dicha mezcla de reacción para obtener un líquido residual, y

realizar las siguientes etapas (3) y (4) en cualquier orden, o de forma parcial o completamente simultánea:

(3) hacer reaccionar a dicho líquido residual con un alcohol para formar, como mínimo, un compuesto organometálico y formar agua y eliminar dicha agua de dicho compuesto organometálico, y

(4) hacer reaccionar a dicho carbonato de dialquilo separado en la etapa (2) con un compuesto hidroxiaromático para obtener un carbonato aromático.

2. El método, según la reivindicación 1, en el que dicho carbonato aromático obtenido en la etapa (4) es, como mínimo, un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un carbonato de alquilarilo y un carbonato de diarilo.

3. El método, según la reivindicación 1 ó 2, en el que, en la etapa (3), dicho compuesto organometálico que tiene dicha agua eliminada del mismo se recicla a la etapa (1).

4. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que, en la etapa (4), un alcohol que se genera junto con dicho carbonato aromático se recicla a la etapa (3).

5. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que un carbonato de dialquilo recuperado en la etapa (4) se recicla a la etapa (4).

6. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que un ciclo de etapas (1) a (4) se repite, como mínimo, una vez.

7. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, en el que dicho carbonato aromático obtenido en la etapa (4) es un carbonato de alquilarilo y que, después de la etapa (4), comprende además la siguiente etapa (5):

(5) someter a dicho carbonato de alquilarilo a una reacción de desproporción para obtener un carbonato de diarilo.

8. El método, según la reivindicación 7, en el que, en la etapa (5), un carbonato de dialquilo que se genera junto con dicho carbonato de diarilo se recicla a la etapa (4).

9. El método, según la reivindicación 7 u 8, en el que un ciclo de etapas (1) a (5) se repite, como mínimo, una vez.

10. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que, en la etapa (1), dicho compuesto organometálico se utiliza en una cantidad que es de 1/200 a 1 vez la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad de dicho dióxido de carbono.

11. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que dicha reacción en la etapa (1) se realiza a 20°C o más.

12. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que dicha separación de dicho carbonato de dialquilo en la etapa (2) se realiza mediante, como mínimo, un método de separación seleccionado entre el grupo que comprende destilación, extracción y filtración.

13. El método, según la reivindicación 12, en el que dicha separación de dicho carbonato de dialquilo en la etapa (2) se realiza mediante destilación.

14. El método, según la reivindicación 13, en el que dicha separación de dicho carbonato de dialquilo en la etapa (2) se realiza mediante destilación en película fina.

15. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que dicha eliminación de dicha agua en la etapa (3) se realiza mediante separación por membrana.

16. El método, según la reivindicación 15, en el que dicha separación por membrana es pervaporación.

17. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que dicha eliminación de dicha agua en la etapa (3) se realiza mediante destilación.

18. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, en el que dicho alcohol utilizado en la etapa (3) es, como mínimo, un alcohol seleccionado entre el grupo que comprende un alcohol alquílico que tiene un grupo alquilo

C₁-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, un alcohol cicloalquílico que tiene un grupo cicloalquilo C₅-C₁₂, un alcohol alquénílico que tiene un grupo alquénilo C₂-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, y un alcohol aralquílico que tiene un grupo aralquilo C₇-C₂₀ que comprende arilo C₆-C₁₉ sin sustituir o sustituido y alquilo seleccionado entre el grupo que comprende a alquilo C₁-C₁₄ de cadena lineal o ramificado y cicloalquilo C₅-C₁₄.

19. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 18, en el que el alcohol utilizado en la etapa (3) tiene un punto de ebullición que es superior al punto de ebullición del agua.

20. El método, según la reivindicación 19, en el que el alcohol utilizado en la etapa (3) es, como mínimo, un alcohol seleccionado entre el grupo que comprende 1-butanol, 2-metil-1-propanol, un alcohol alquílico que tiene un grupo alquilo C₅-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, y un alcohol alquénílico que tiene un grupo alquénilo C₄-C₁₂ de cadena lineal o ramificado.

21. El método, según la reivindicación 19 ó 20, en el que el alcohol utilizado en la etapa (3) tiene un punto de ebullición que es inferior al de dicho compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4).

22. El método, según la reivindicación 1, en el que cada uno de R³ y R⁴ en la fórmula (1) y R⁹ y R¹⁰ en la fórmula (2) representa independientemente un grupo n-butilo, un grupo 2-metilpropilo, un grupo alquilo C₅-C₁₂ de cadena lineal o ramificado, o un grupo alquénilo C₄-C₁₂ de cadena lineal o ramificado.

23. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 22, en el que, en la etapa (1), dicho compuesto organometálico se utiliza, como mínimo, en una forma seleccionada entre el grupo que comprende una forma monomérica, una forma oligomérica, una forma polimérica y una forma asociada.

24. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1, 22 y 23, en el que cada uno de M¹ en la fórmula (1) y M² y M³ en la fórmula (2) representa un átomo de estaño.

25. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 24, en el que dicho compuesto organometálico utilizado en la etapa (1) se produce a partir de un óxido de organoestaño y un alcohol.

26. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 25, en el que la cantidad de dicho compuesto hidroxiaromático utilizado en la etapa (4) es de 0,1 a 10.000 veces la cantidad estequiométrica con respecto a la cantidad de dicho carbonato de dialquilo utilizado en la etapa (4).

27. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 26, en el que dicha reacción en la etapa (4) se realiza a una temperatura en el intervalo de 50 a 350°C.

28. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 27, en el que dicha reacción en la etapa (4) se realiza en presencia de un catalizador de la reacción de transesterificación.

29. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en el que dicha reacción en la etapa (5) se realiza en presencia de un catalizador de la reacción de desproporción.

30. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 29, en el que dicho compuesto hidroxiaromático se representa mediante la siguiente fórmula (3):



en la que Ar es un grupo aromático C₅-C₃₀.

31. El método, según la reivindicación 30, en el que dicho compuesto hidroxiaromático representado mediante la fórmula (3) es fenol.

32. El método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 31, en el que el contenido total de un compuesto hidroxiaromático y un compuesto que contiene un grupo carboxilo en dicho alcohol utilizado en la etapa (3) es de 1.000 ppm o menos.

FIG.1

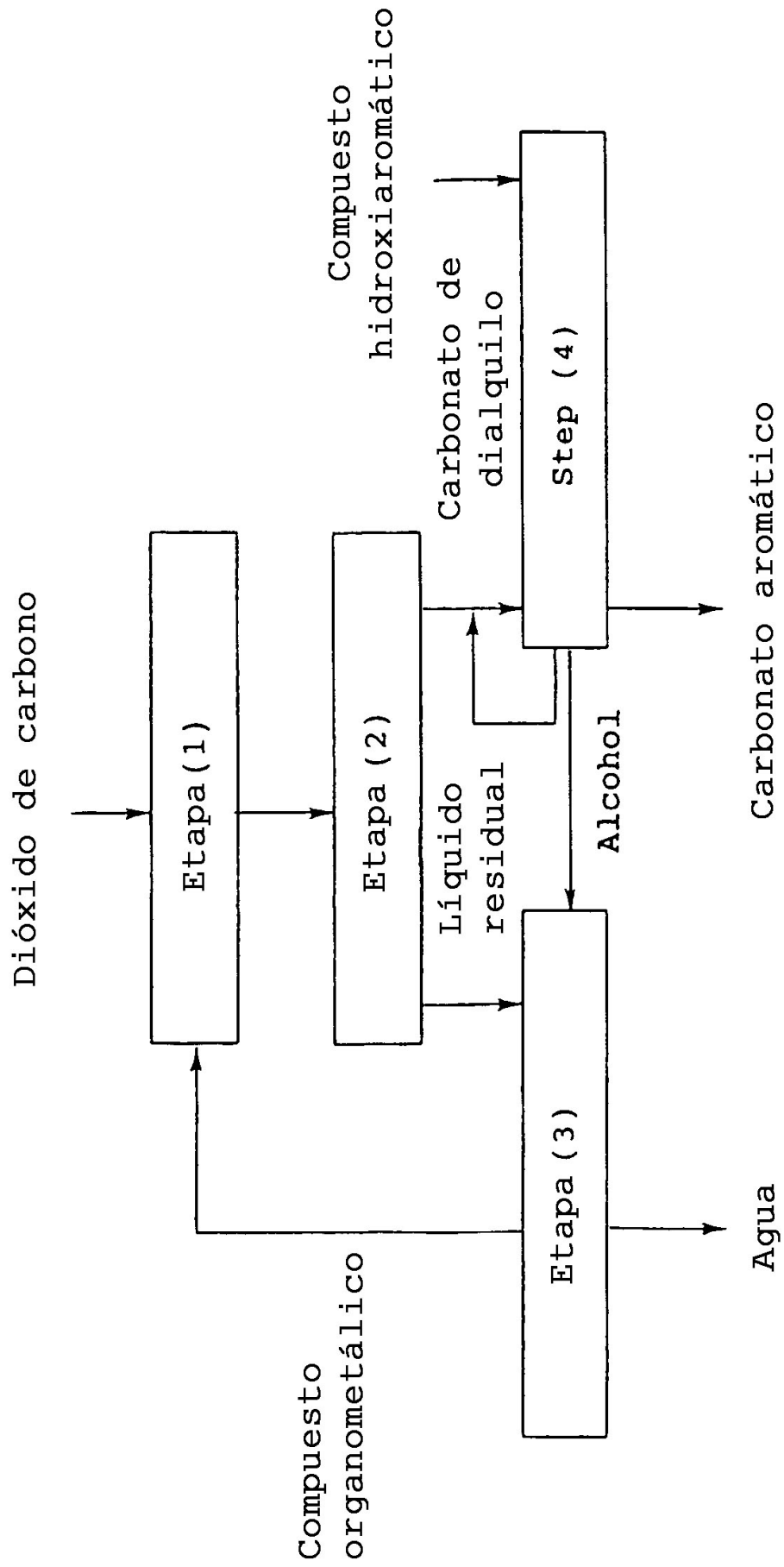


FIG.2

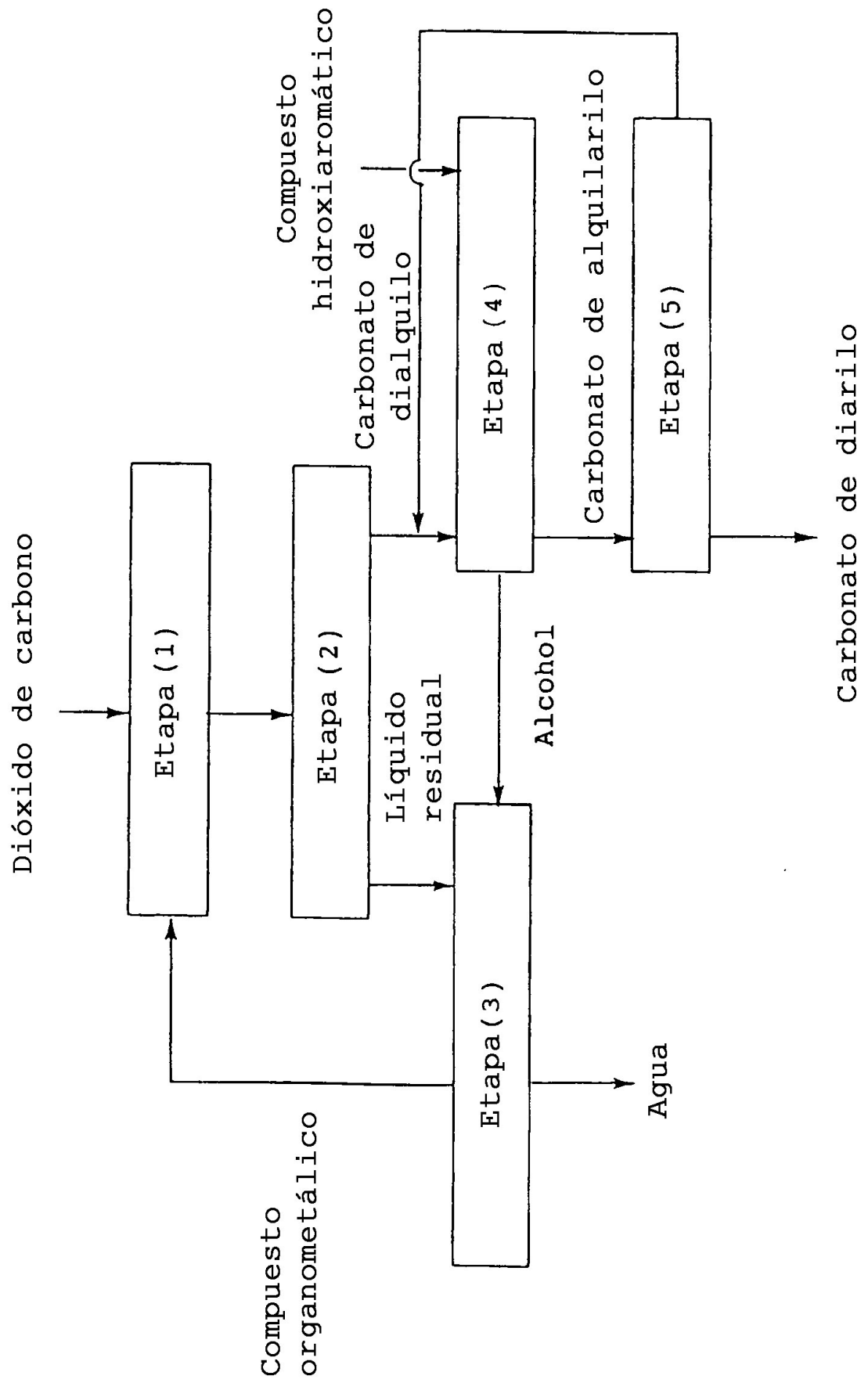


FIG.3

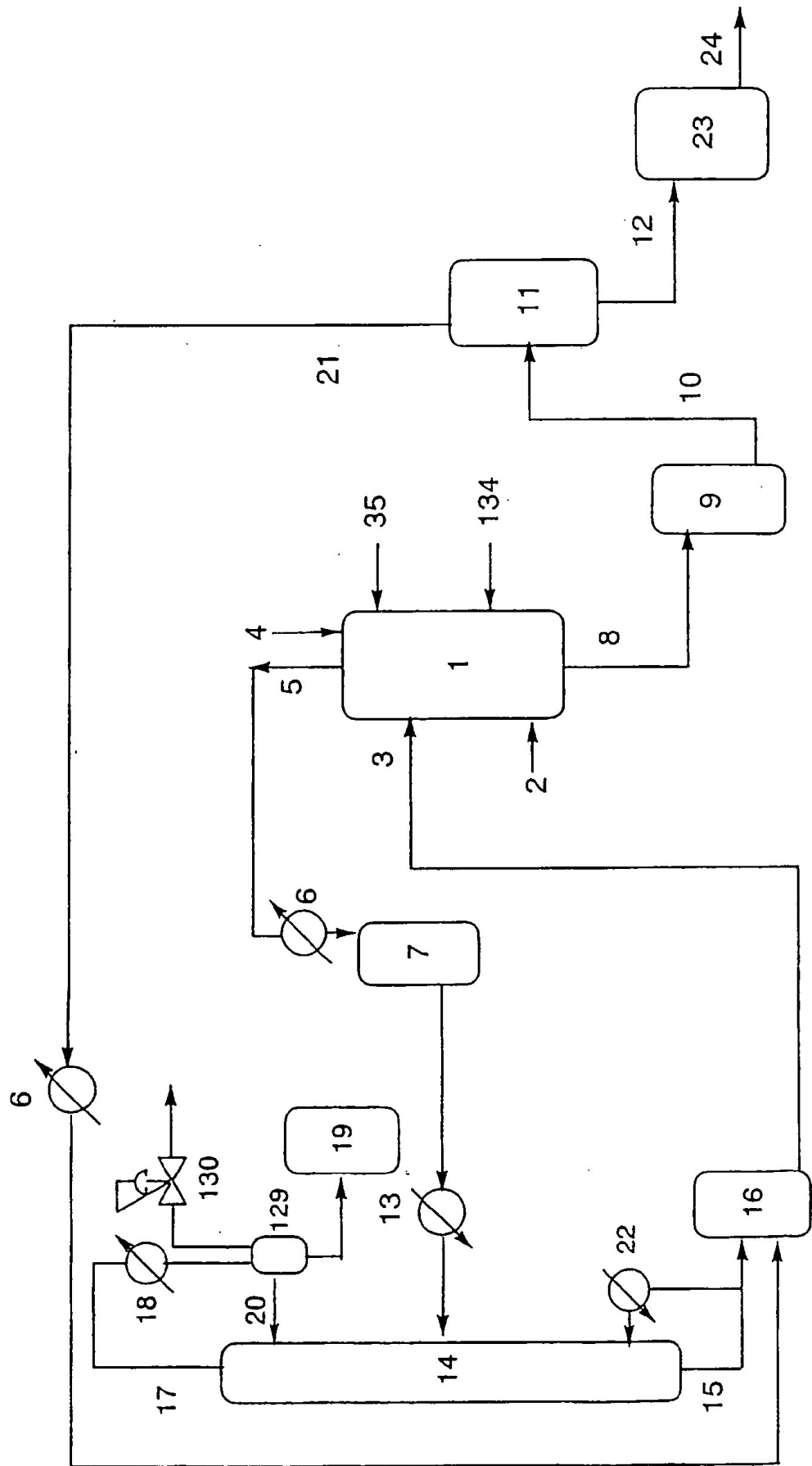


FIG. 4

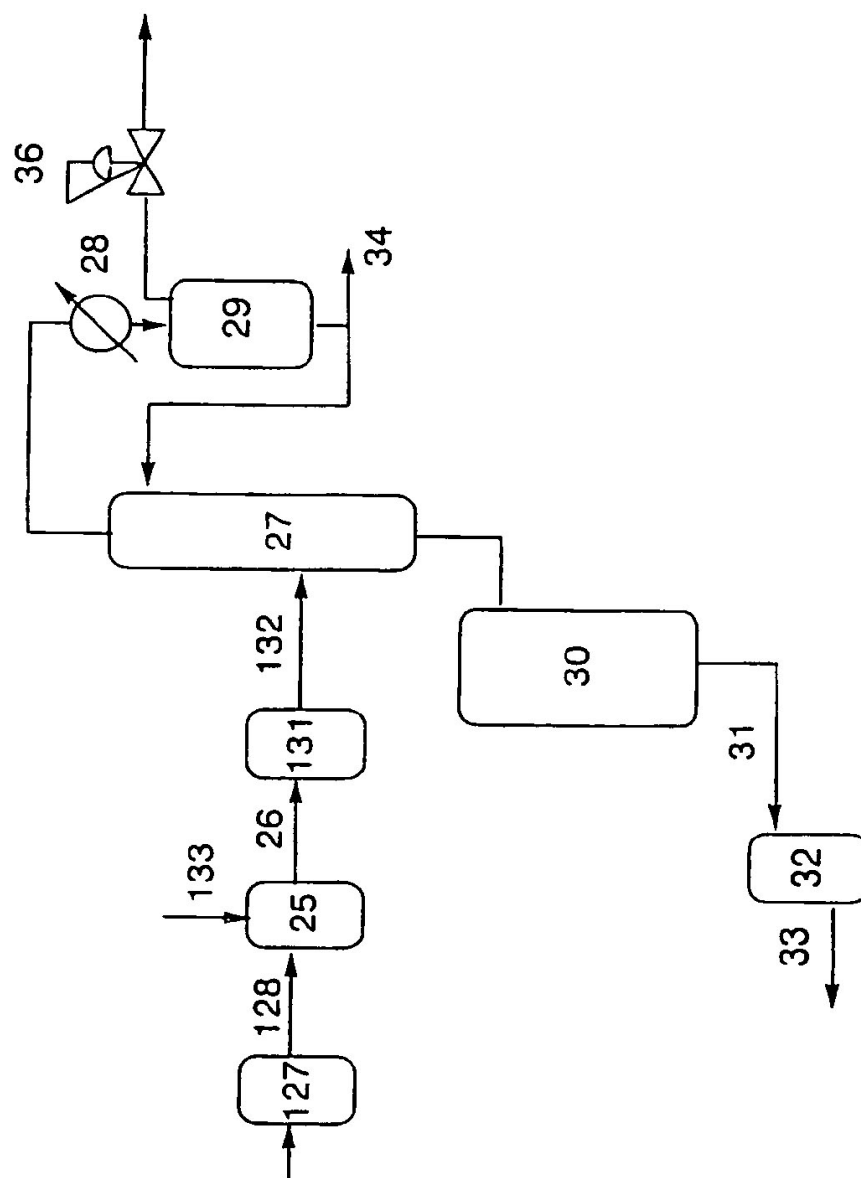


FIG.5

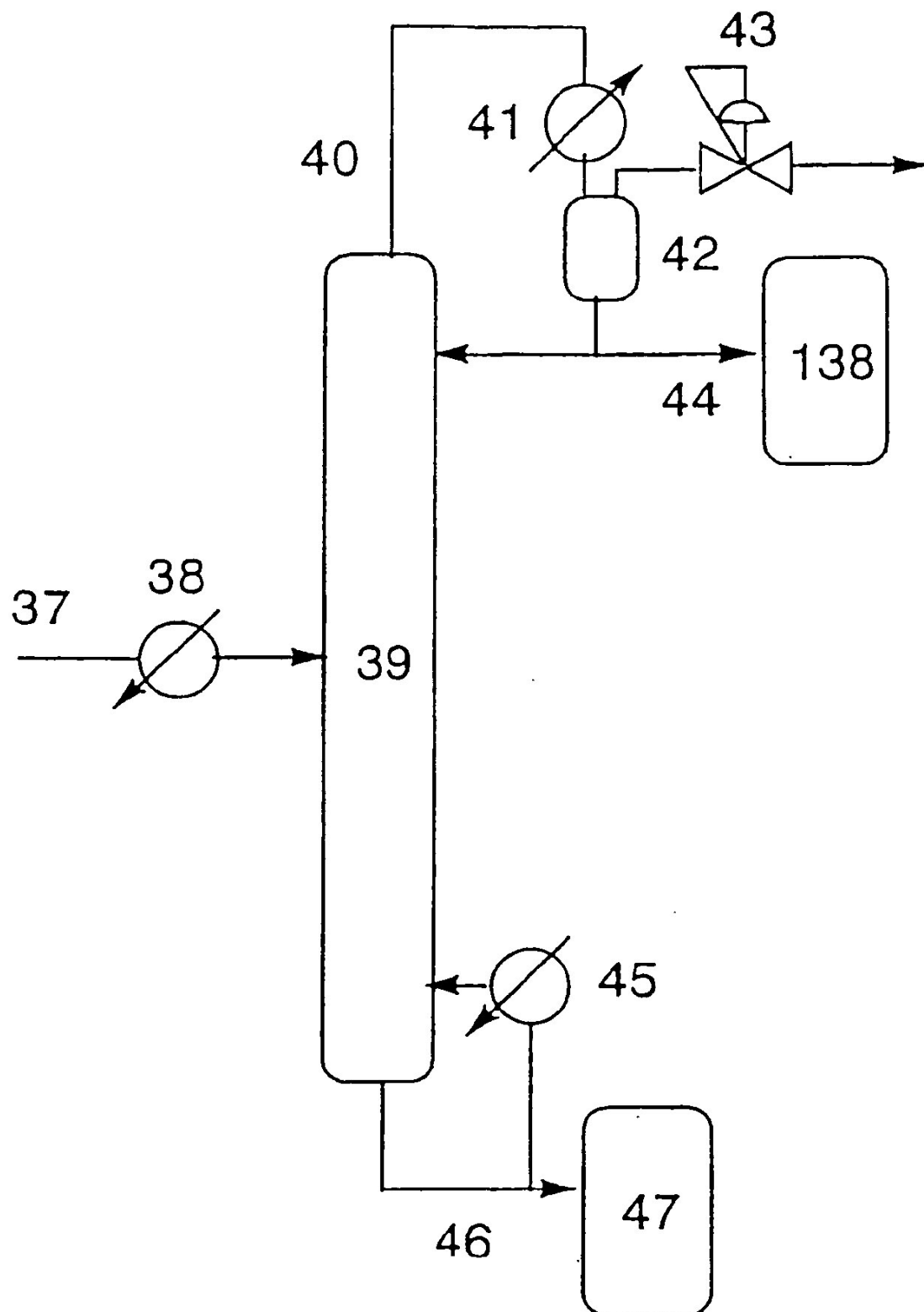


FIG.6

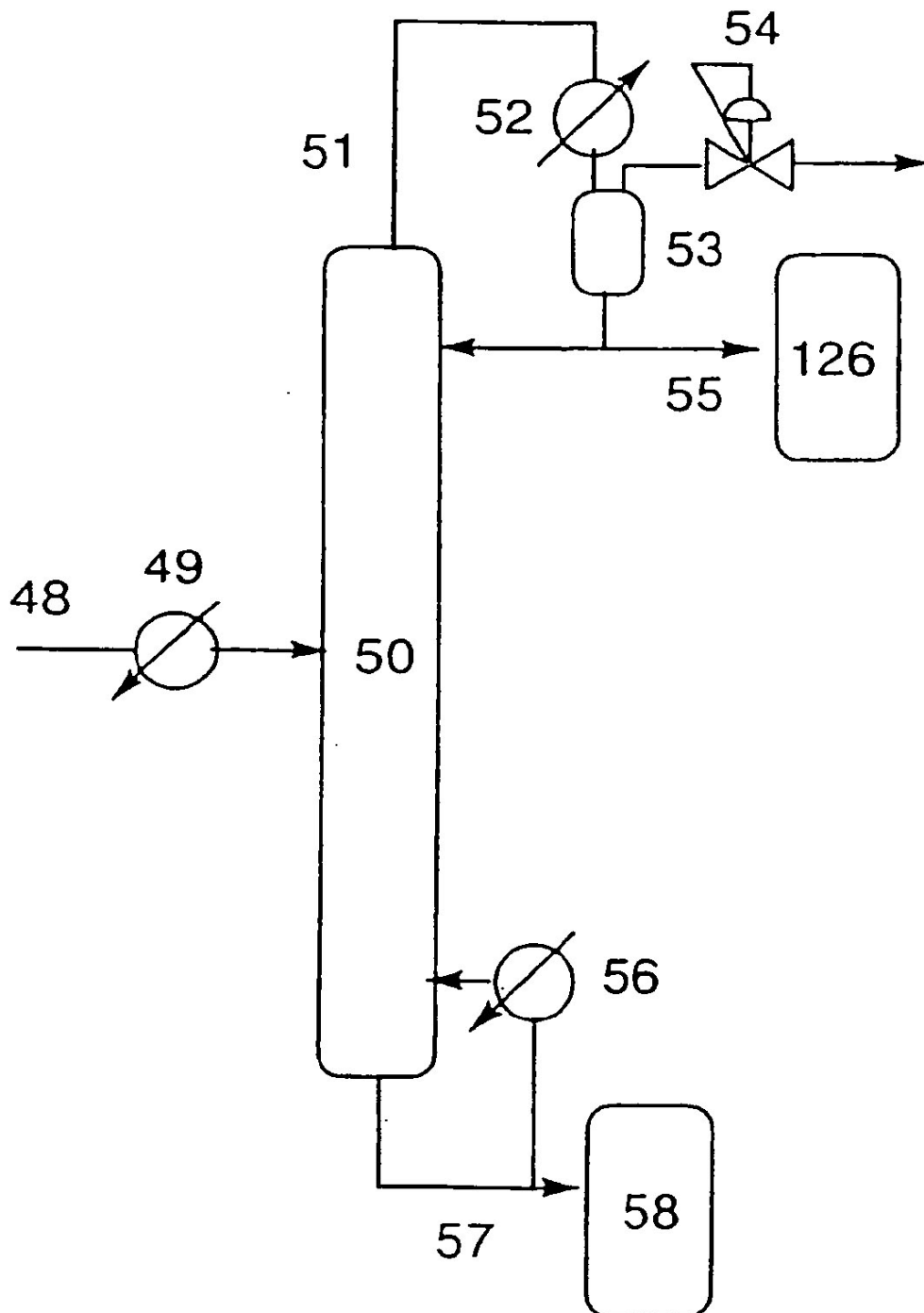


FIG.7

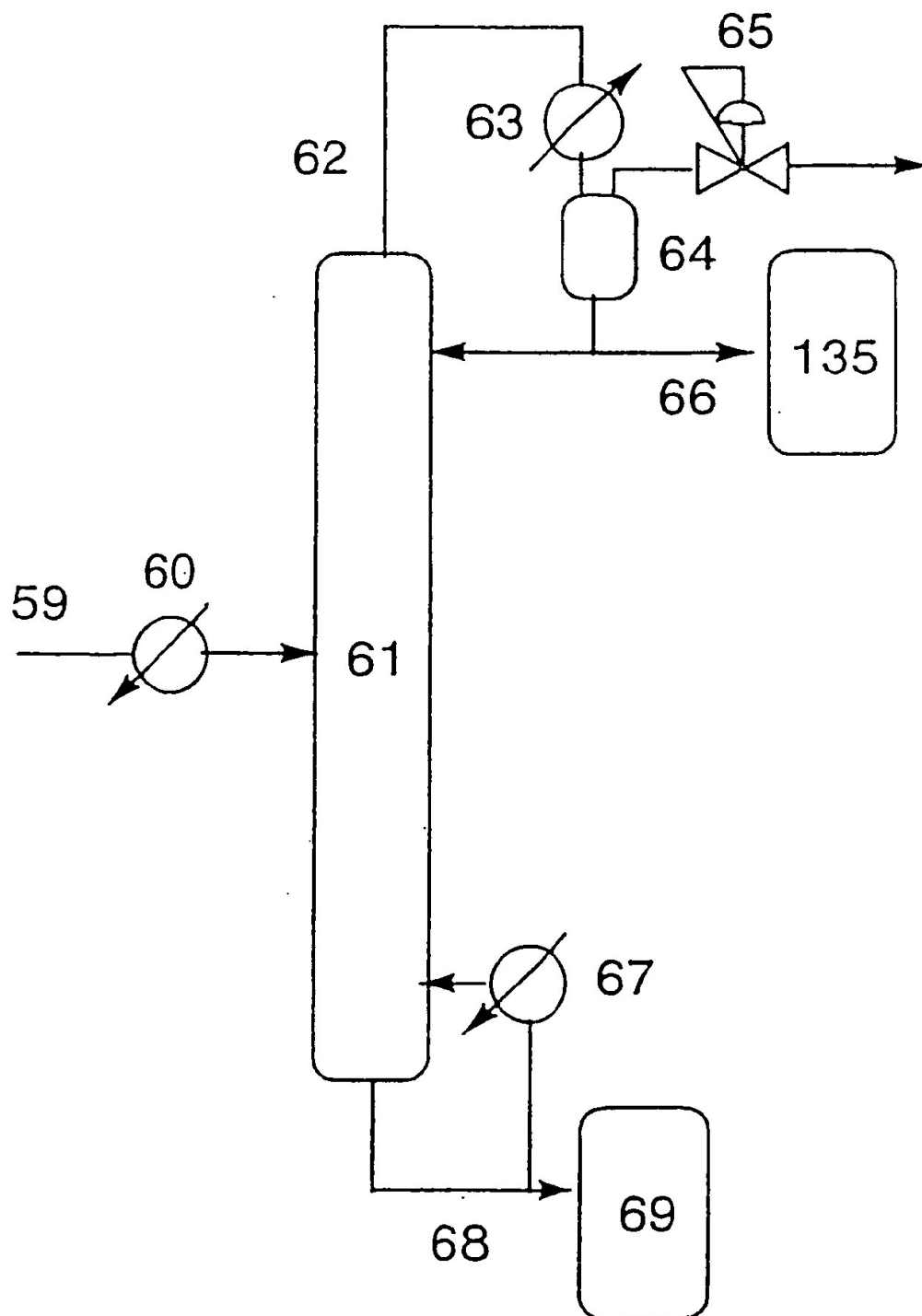


FIG.8

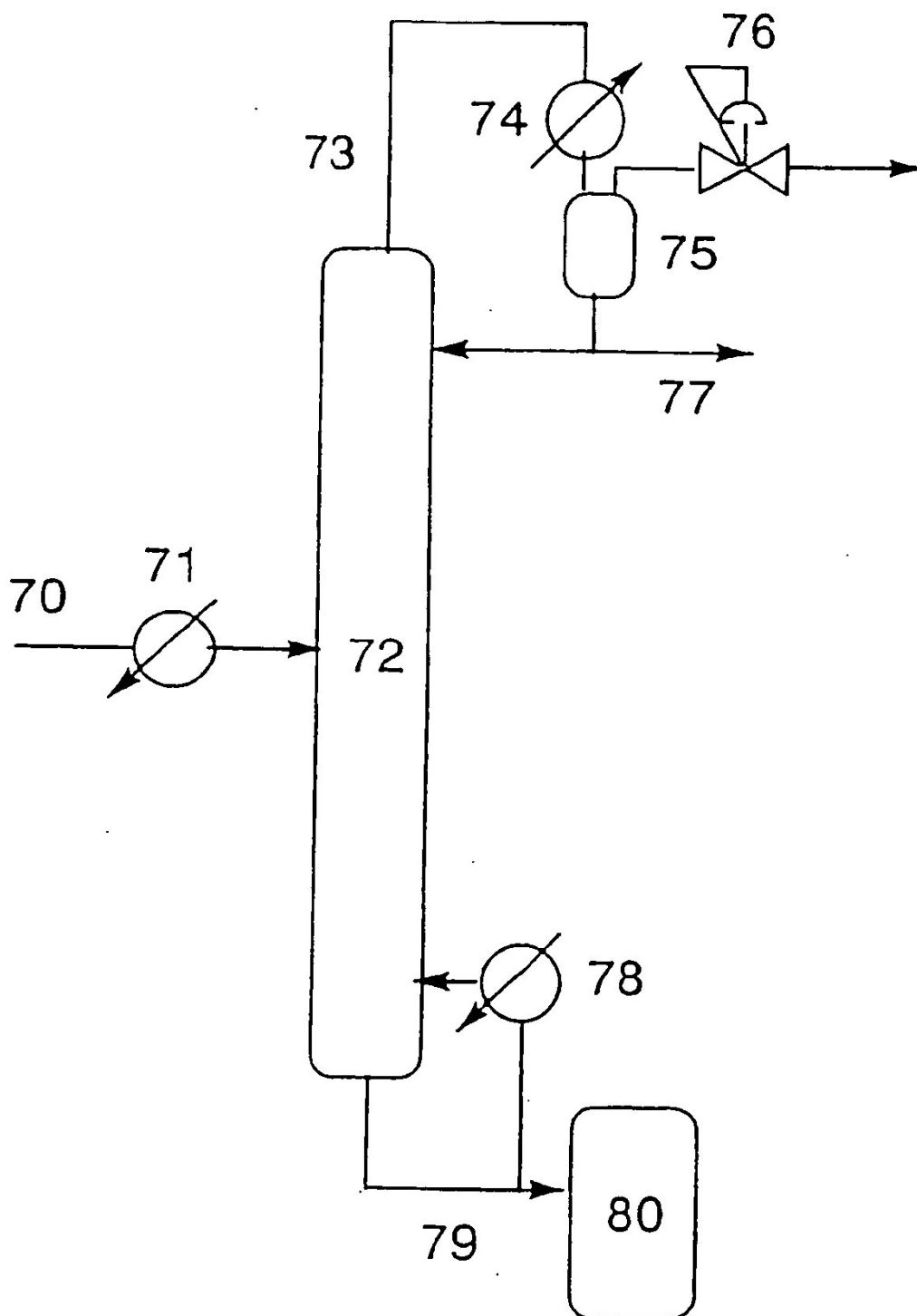


FIG. 9

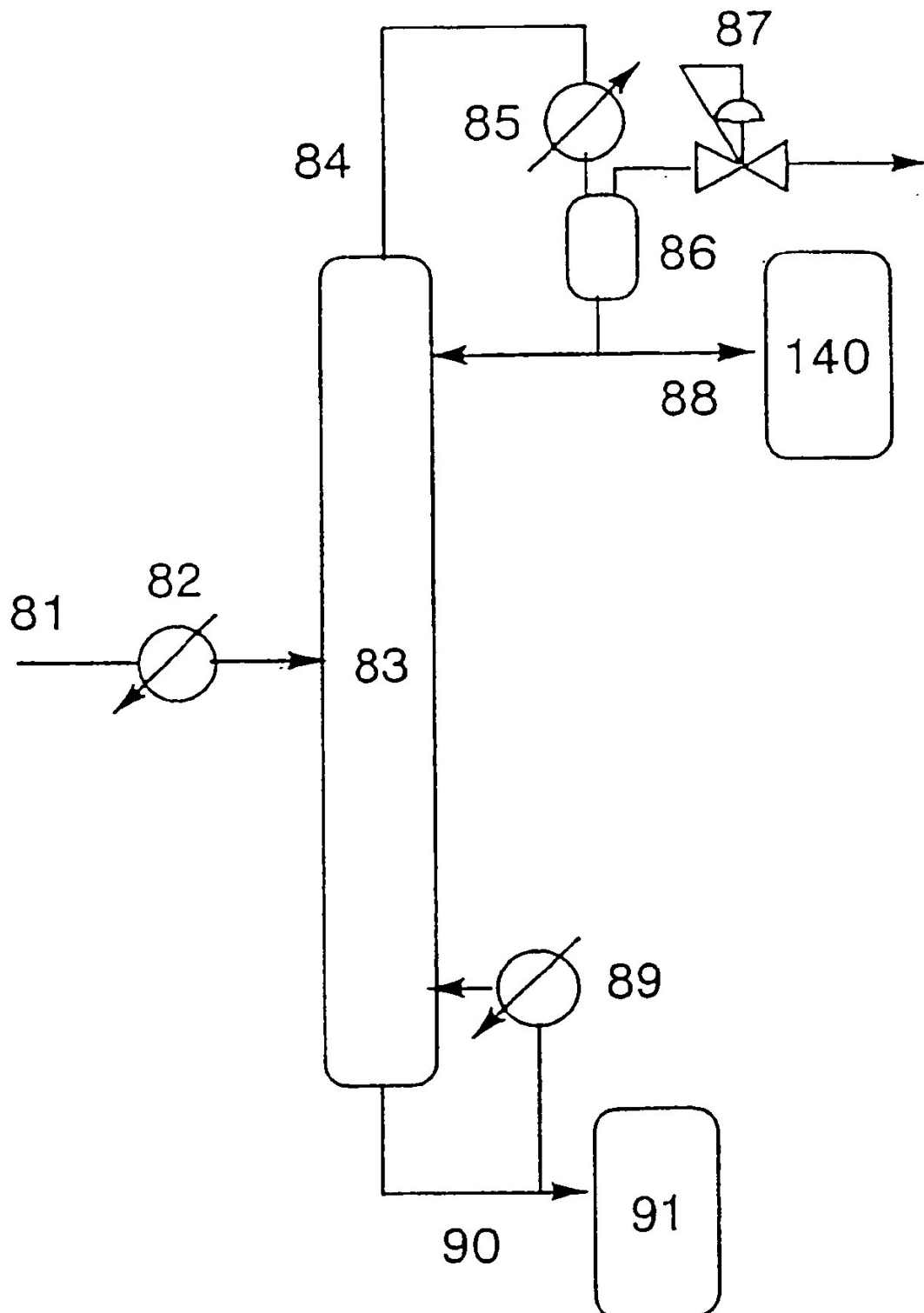


FIG. 10

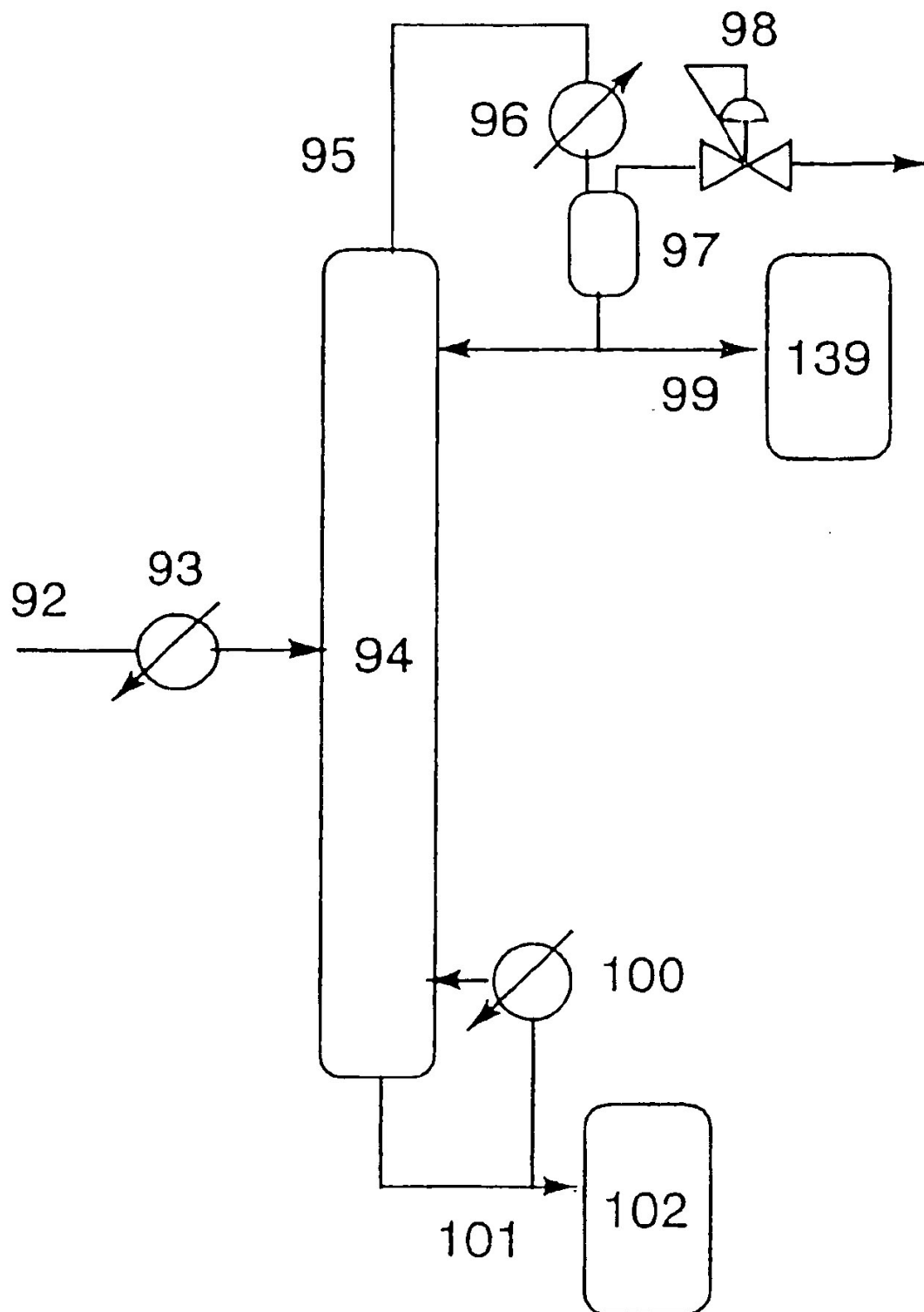


FIG.11

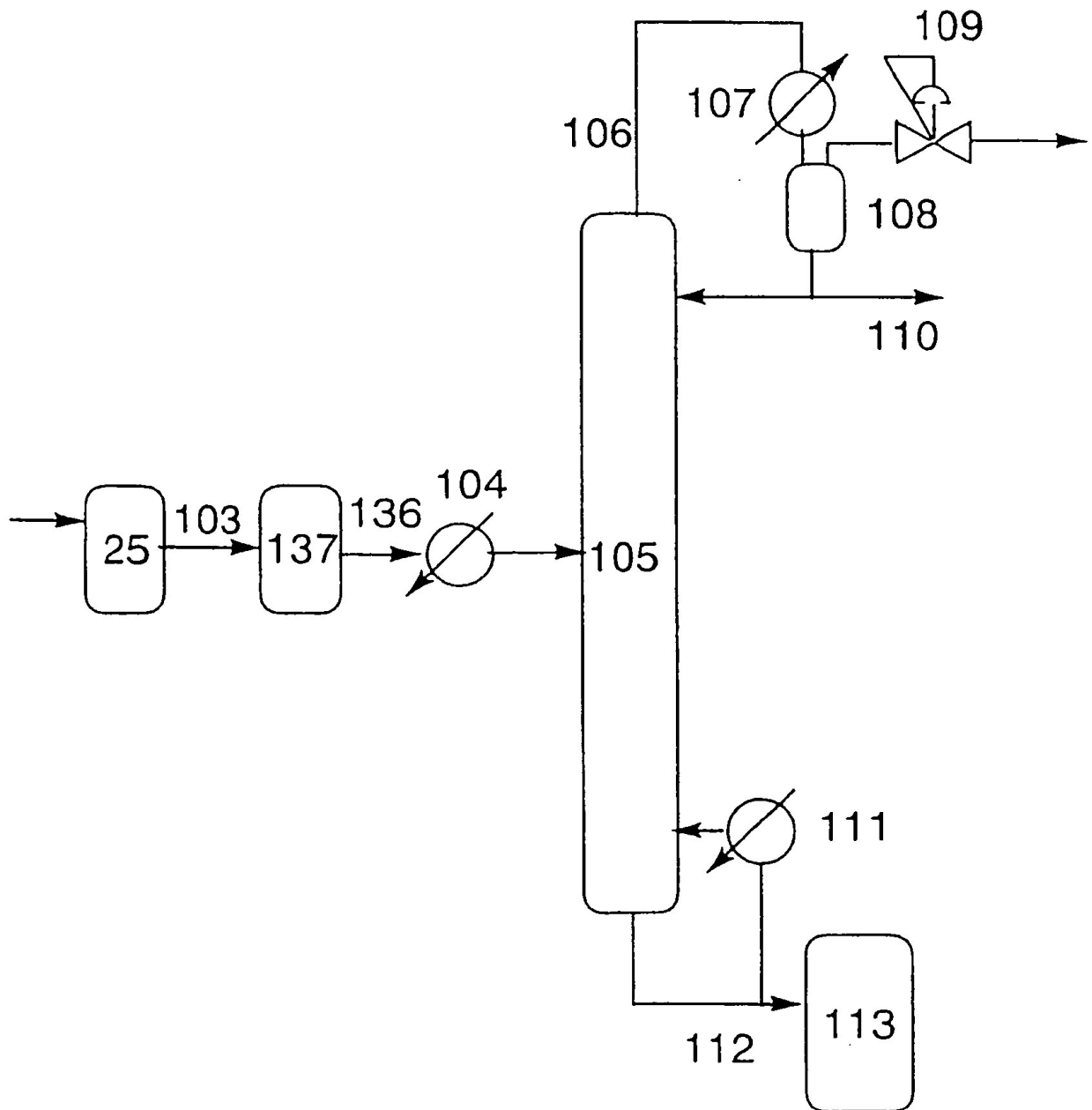


FIG.12

