

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 370 663**

51 Int. Cl.:
B01J 38/00 (2006.01)
B01J 31/12 (2006.01)
B01J 31/40 (2006.01)
C07C 68/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07714752 .8**
96 Fecha de presentación: **22.02.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **1987881**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.11.2008**

54 Título: **MÉTODO PARA LA SEPARACIÓN Y RECUPERACIÓN DE UN DIALCÓXIDO DE DIALQUIL ESTAÑO.**

30 Prioridad:
23.02.2006 JP 2006046596

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
21.12.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
21.12.2011

73 Titular/es:
ASAHI KASEI CHEMICALS CORPORATION
1-105 KANDA JINBOCHO
CHIYODA-KU, TOKYO 101-8101, JP

72 Inventor/es:
BIJANTO, Budianto y
MIYAKE, Nobuhisa

74 Agente: **de Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 370 663 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método para la separación y recuperación de un dialcóxido de dialquil estaño

Campo técnico

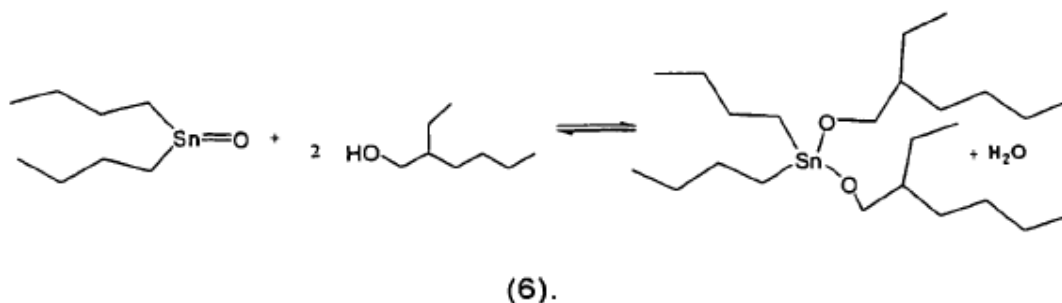
La presente invención se refiere a la separación y la recuperación de un dialcóxido de dialquiestaño a partir de una composición catalizadora de alcóxido usada como un catalizador en producción de éster o carbonato.

Técnica anterior

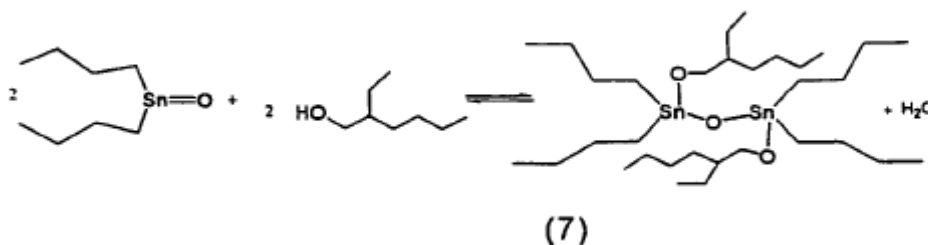
Un dialcóxido de dialquiestaño es de gran utilidad como un catalizador tal como un catalizador de síntesis de carbonato, un catalizador de la reacción de transesterificación, un polímero de silicona o un catalizador de curado de uretano.

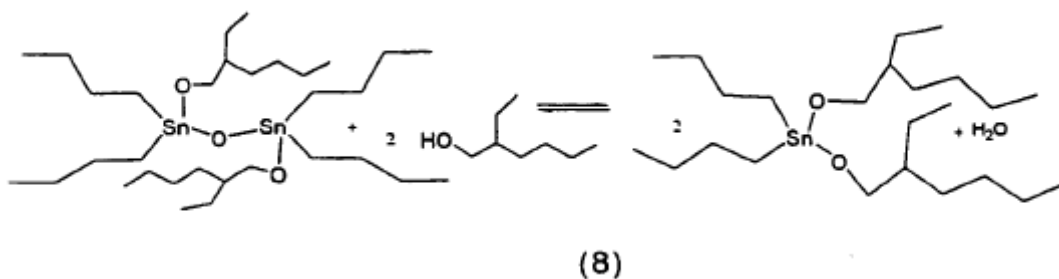
- 10 Como un proceso convencional para producir un dialcóxido de dialquiestaño, se conoce un método en el que se someten un óxido de dialquiestaño y un alcohol a una reacción de deshidratación y un componente de bajo punto de ebullición que contiene agua producida se elimina del líquido de reacción (ver, por ejemplo, documento de patente 1: USP 5545600, documento de patente 2: WO 2005/111049, documento de patente 3: solicitud de patente japonesa pendiente N.º 2005-298433, documento no patente 1; Journal de Chemical Society 23 (1971), 3972, documento no patente 2: Journal de the Chemical Society de Japón – Industrial Chemistry, 72, 7 (1969), 1543).

Se presume que este método que utiliza el óxido de dialquiestaño incluye una reacción de equilibrio acompañada por deshidratación tal como se indica en la siguiente fórmula (6):

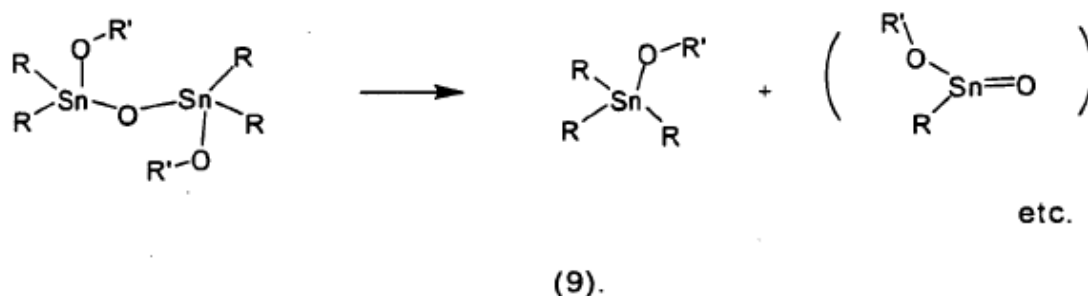


- 20 El equilibrio anterior está sesgado abrumadoramente hacia el lado del sistema del reactivo y, además, se presume que la reacción incluye reacciones de deshidratación sucesivas a través de un distanoxano de tetraalquiestaño tal como se muestra en las fórmulas (7) y (8) siguientes. Para obtener el dialcóxido de dialquiestaño con un alto rendimiento, la producción se lleva a cabo mientras se quita el agua del sistema de los productos de reacción de deshidratación, pero es una reacción energéticamente desfavorable y, así, se obtiene el dialcóxido de dialquiestaño por medio de una reacción prolongada a una elevada temperatura (por ejemplo, 180 °C). La siguiente deshidratación se lleva a cabo y el exceso de alcohol se elimina del líquido de reacción, obteniendo un líquido de reacción con contenido de dialcóxido de dialquiestaño.





Por otro lado, se sabe que a tal temperatura elevada, se descompone térmicamente con facilidad un compuesto de dialquilestaño en un compuesto de trialquilestaño (ver, por ejemplo, documento no patente 2: Journal de the Chemical Society de Japón – Industrial Chemistry, 72, 7 (1969), 1543). No queda claro por qué reacción se produce el compuesto de trialquilestaño, pero se asume, por ejemplo, que el compuesto de trialquilestaño se produce por reordenamiento del grupo alquilo intramolecular, entonces, se presume que el compuesto de trialquilestaño se produce por una reacción de desproporcionamiento tal como se indica en la siguiente fórmula (9):



Se usa un dialcóxido de dialquilestaño obtenido por un proceso de producción usando la reacción descrita con anterioridad, por ejemplo, para producir un carbonato a través de una reacción con dióxido de carbono (ver, por ejemplo, documento de patente 2: WO 2005/111049). La materia descompuesta térmicamente se produce en el proceso de producción de dialcóxido de dialquilestaño tal como se describió con anterioridad, pero más aún, se presume que, además de esta materia descompuesta térmicamente, también se produce en etapas en las que se calienta el compuesto de dialquilestaño (por ejemplo, la etapa de producción de carbonato y una etapa de separación del compuesto de carbonato / dialquilestaño). Por otra parte, que sabe que esta materia descompuesta térmicamente contiene el compuesto de trialquilestaño y un componente de estaño de alto punto de ebullición de estructura no identificable y que el compuesto de trialquilestaño exhibe casi ninguna actividad en la síntesis del carbonato usando dióxido de carbono (ver, por ejemplo, documento no patente 3: Journal de American Chemical Society, 121 (1999), 3793). En la presente invención, el componente de estaño de alto punto de ebullición de estructura no identificable en la materia descompuesta térmicamente se menciona como un “componente desactivado de alto punto de ebullición”. En la presente, “alto punto de ebullición” o “de alto punto de ebullición” implica un punto de ebullición a presión normal superior a 250 °C.

La materia descompuesta térmicamente anterior es un componente desactivado que no exhibe actividad de reacción en la síntesis del carbonato y más aún, puede causar una reducción en el campo de la reacción o contaminar el producto y, de hecho, se debe separar del compuesto de dialquilestaño que es el componente activo (de ahora en más, este componente que tiene dos enlaces de estaño-carbono en cada átomo de estaño que constituye un alcóxido de alquilestaño se menciona a veces como el “componente activo”).

Los presentes inventores revelaron previamente una invención relacionada con la producción de un alcóxido de dialquilestaño de alta pureza (ver, por ejemplo, documento de patente 3: solicitud de patente japonesa pendiente N.º 2005-298433). En este documento, se revela un proceso para producir un alcóxido de dialquilestaño que no contiene un compuesto nocivo de trialquilestaño. Como resultado de sus estudios, los presentes inventores han comprobado que tal compuesto de trialquilestaño tiene un bajo punto de ebullición entre compuestos de alcóxido de alquilestaño y, así, se puede obtener un alcóxido de dialquilestaño de alta pureza eliminando el compuesto de trialquilestaño por destilación. Por otro lado, aún está el problema de que, de la materia descompuesta térmicamente, aún queda un componente de estaño de alto punto de ebullición de estructura no identificable (el “componente desactivado de alto punto de ebullición” anterior) mezclado con el componente activo.

Más aún, los presentes inventores también describieron una invención referida a la producción de un carbonato usando un compuesto de alcóxido de alquilestaño con materia descompuesta térmicamente (ver, por ejemplo, documento de patente 4: WO 2004/014840). En este documento, se describe un método en el cual, de la materia

descompuesta térmicamente, se separa un componente del compuesto de trialquilestaño por destilación, de modo de evitar la acumulación en el sistema de reacción.

5 Sin embargo, para la materia descompuesta térmicamente que es una contraparte del compuesto de trialquilestaño, a pesar de que se describió un método en el que esta materia descompuesta térmicamente se precipita como sólido utilizando la diferencia en punto de fusión o solubilidad en el componente activo y luego se separa del componente activo por filtración, de modo de evitar la acumulación en el sistema de reacción, hubo casos en los que el rendimiento de recuperación de componente activo se reduce.

Documento de patente 1: USP 5545600

Documento de patente 2: WO 2005/111049

10 Documento de patente 3: solicitud de patente japonesa pendiente N.º 2005-298433

Documento de patente 4: WO 2004/014840 documento no patente 1: Journal de Chemical Society, 23 (1971), 3972

Documento no patente 2: Journal de Chemical Society de Japón – Industrial Chemistry, 72, 7 (1969), 1543

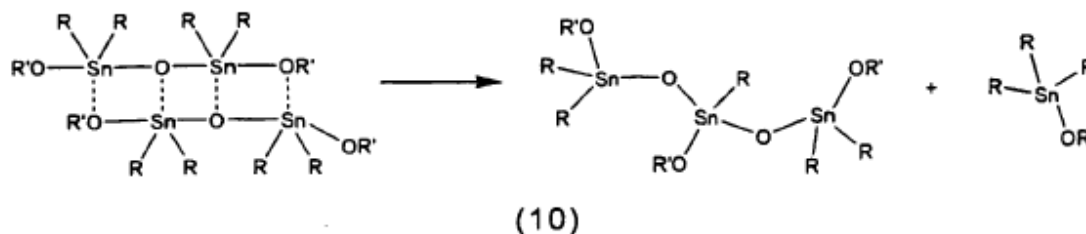
Documento no patente 3: Journal de American Chemical Society, 121 (1999), 3793

Documento no patente 4: Applied Catalysis A: General, 255 (2003), 93

15 Descripción de la invención

Problemas para resolver por medio de la invención

Los presentes inventores llevaron a cabo asiduos estudios respecto de la causa de la reducción del rendimiento de recuperación y, como resultado, obtuvieron los siguientes hallazgos. Específicamente, que sabe que un componente activo tetraalquildialcoxidistannoxano fácilmente adopta una estructura de escalera tal como se indica en la siguiente fórmula (ver, por ejemplo, documento no patente 4: Applied Catalysis A: General, 255 (2003), 93). Quedó claro que hay un problema de que el desproporcionamiento a alta temperatura procede no sólo por la fórmula previamente presumida (9), sino también entre dos moléculas que forman una estructura de escalera tal como se indica en la siguiente fórmula (10) y como resultado, un poco de la materia descompuesta térmicamente (es decir, un poco del componente de estaño de alto punto de ebullición de estructura no identificable) forma un compuesto en el que el componente activo y el componente desactivado se unen de modo covalente y, así, en el método anterior usando solidificación, el componente activo unido de modo covalente al componente desactivado se elimina junto con el componente desactivado de modo que se reduce el rendimiento de recuperación y el componente desactivado unido se recupera junto con el componente activo y, así, se sigue acumulando en el sistema. Distinto de la separación por filtración o similares, también se puede prever la separación por destilación como un eficiente método de recuperación por separación, pero ni el componente desactivado unido ni el componente desactivado mostrados en la fórmula (9) se pueden separar del componente activo por destilación (conforme a ello, en la presente memoria descriptiva, del producto generado a través de descomposición térmica del compuesto de dialquilestaño supuestamente según la fórmula (9) y/o la fórmula (10), el componente de estaño de alto punto de ebullición de estructura no identificable distinto del compuesto de trialquilestaño se mencionará como el “componente desactivado de alto punto de ebullición”).



40 Más aún, el compuesto de dialquilestaño de componente activo es caro y, así, el rendimiento de recuperación para el método de separación se considera importante. Así, hubo necesidad de un método de separación que permita separar el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo, que no se pueden separar entre sí por destilación tal como se describió con anterioridad, con un alto rendimiento de recuperación de componente activo.

Es un objeto de la presente invención proveer un método de recuperación por separación para separar de modo eficaz y recuperar un componente activo de una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable que contiene un componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo.

En vista de las circunstancias anteriores, los presentes inventores llevaron a cabo asiduos estudios para separar y recuperar un alcóxido de dialquilestaño de una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño y como resultado, realizaron la presente invención después de descubrir que el objeto anterior se puede lograr haciendo reaccionar una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable que contiene un componente desactivado de alto punto de ebullición y un componente activo con un alcohol y/o un carbonato y luego sometiendo el líquido de reacción así obtenido a destilación, de modo de separar y recuperar un producto originado del componente activo como un dialcóxido de dialquilestaño. Es decir, la presente invención provee:

[1] un método para separar y recuperar un componente activo, convirtiendo el componente activo en un dialcóxido de dialquilestaño, a partir de una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable para usar en la producción de un carbonato; que contiene un componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo, en donde el método comprende las etapas de:

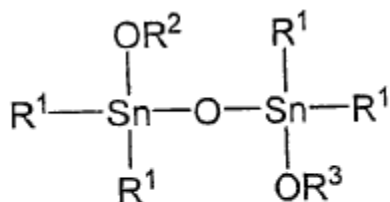
(1) hacer reaccionar la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño con un alcohol y/o un carbonato, de modo de obtener una solución de reacción que contiene un producto originado del componente activo; y

(2) someter la solución de reacción obtenida en la etapa (1) a destilación, de modo de separar y recuperar el dialcóxido de dialquilestaño del producto originado del componente activo, en donde el componente activo es un componente que tiene dos enlaces de estaño-carbono en cada átomo de estaño lo que constituye un alcóxido de alquilestaño y en donde el componente desactivado de alto punto de ebullición tiene un punto de ebullición superior a 250 °C a presión normal y un compuesto de alquilestaño que contiene átomos de estaño en el análisis de ¹¹⁹Sn-RMN exhibe desplazamientos químicos en un intervalo de -220 a -610 ppm en base a tetrametilestaño.

[2] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [1], en donde la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no es capaz de ser separada por destilación en el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo en no más de 250 °C a presión normal,

[3] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [1] o [2], en donde el componente activo es un tetraalquildialcoxidistannoxano,

[4] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [3], en donde el tetraalquildialcoxidistannoxano es un compuesto de alquilestaño representado por la siguiente fórmula (1):

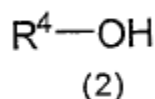


(1),

en donde R¹ representa un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono o un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono; y

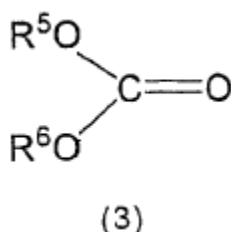
cada uno de R² y R³ representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono,

[5] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [1], en donde el alcohol está representado por la siguiente fórmula (2):



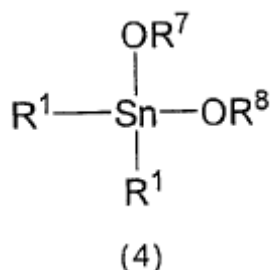
5 en donde R^4 representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono,

[6] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [1], en donde el carbonato está representado por la siguiente fórmula (3):



10 en donde cada uno de R^5 y R^6 representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono,

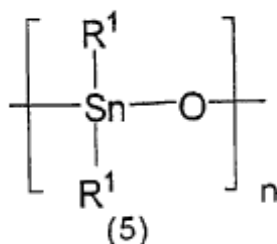
15 [7] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [1], en donde el dialcóxido de dialquilestaño está representado por la siguiente fórmula (4):



20 en donde R^1 representa un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono o un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono; y cada uno de R^7 y R^8 representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono; y

30 cada uno de R^7 y R^8 corresponde a un grupo alcoxi del componente activo, R^4 en el alcohol o R^5 o R^6 en el carbonato, en donde al menos uno de R^7 y R^8 corresponde a R^4 , R^5 o R^6 ,

[8] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [1], en donde la composición catalizadora de alcóxido de dialquilestaño contiene un óxido de dialquilestaño representado por la siguiente fórmula (5):



- 5 en donde R¹ representa un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono o un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono,
- 10 [9] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [4], en donde cada grupo alquilo del tetraalquildialcoxidistannoxano es un grupo n-butilo o un grupo n-octilo,
- [10] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [5], en donde el alcohol es un alcohol seleccionado de alcoholes de alquilo alifáticos que tienen de 4 a 8 átomos de carbono,
- 15 [11] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [6], en donde el carbonato es un carbonato en el que al menos uno de R⁵ y R⁶ está seleccionado de grupos alquilo alifáticos que tienen de 4 a 8 átomos de carbono,
- [12] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [8], en donde el óxido de dialquilestano es un óxido de dialquilestano seleccionado de óxido de di-n-butil-estaño y óxido de di-n-octil-estaño,
- 20 [13] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [11], en donde en la etapa (1), una relación de una cantidad total de moles de alcohol y/o carbonato a la cantidad de moles de átomos de estaño contenidos en el componente activo está en un intervalo de 2 a 100,
- [14] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [1], en donde en la etapa (1), una temperatura de reacción está en un intervalo de 60 a 180 °C,
- 25 [15] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [1], en donde la reacción de la etapa (1) se lleva a cabo en un reactor de un tipo seleccionado del grupo que consiste en un reactor con tanque de agitación, un reactor con tanque de agitación multietapa, una columna empaquetada, una columna de destilación, una columna de destilación multietapa, una columna de destilación multietapa continua, un reactor que tiene un soporte dentro y un reactor de circulación forzada,
- 30 [16] el método de recuperación por separación de acuerdo con el ítem [1], en donde en la etapa (2), la separación por destilación se lleva a cabo en un aparato de destilación de un tipo seleccionado del grupo que consiste en una columna de destilación multietapa, una columna de destilación multietapa continua, una columna empaquetada y un evaporador de película de estaño,
- [17] un proceso para producir un carbonato usando un dialcóxido de dialquilestano cuyo proceso comprende obtener un dialcóxido de dialquilestano de acuerdo con el método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16.

35 Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con la presente invención, un dialcóxido de dialquilestano que es un componente de utilidad se puede separar eficazmente y recuperar de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestano no destilable que contiene un componente desactivado de alto punto de ebullición y un componente activo y, así, la presente invención es muy útil para usar en escala industrial.

40 Breve descripción de los dibujos

La FIG. 1 ilustra un diagrama conceptual que muestra un método para separar y recuperar un dialcóxido de dialquilestano en la presente invención;

la FIG. 2 ilustra un diagrama conceptual que muestra un aparato de producción continua de carbonato usando una

composición catalizadora de alcóxido de alquilestano en la presente invención; y

la FIG. 3 ilustra un diagrama conceptual de un ejemplo de un reactor en columna usado en la presente invención.

Descripción de los números de referencia

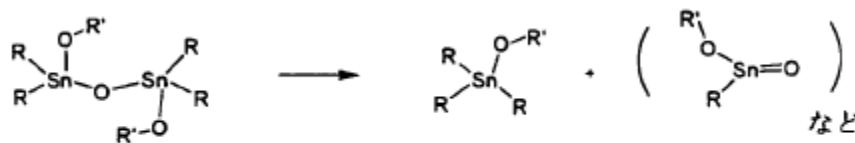
- 5 101, 107: columna de destilación; 102, 201: reactor en columna; 103, 106 evaporador de película de estaño; 104: autoclave; 105: tanque de eliminación de dióxido de carbono; 111, 112, 117: rehervidor; 121, 123, 126, 127: condensador; 211: porción inferior del reactor; 221: porción superior del reactor; 1, 9, 21, 22: línea de suministro; 2, 4, 5, 6, 7, 8, 10, 11, 12, 13, 14: línea de transferencia; 3, 15, 23: línea de recuperación; 16: línea de extracción; 17: línea de alimentación; 24: línea de recuperación del componente de bajo punto de ebullición.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

- 10 Una forma de realización de la presente invención se describirá ahora en detalle. La siguiente forma de realización es meramente ilustrativa para explicar la presente invención, no pretendiendo estar limitada la presente invención a esta sola forma de realización. Siempre que haya una desviación de la esencia de la presente invención, son posibles modificaciones.

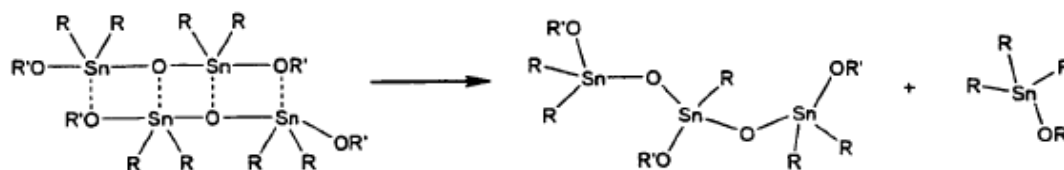
- 15 En la presente invención, una composición catalizadora de alcóxido de alquilestano no destilable que contiene un componente desactivado de alto punto de ebullición y un componente activo se hace reaccionar con un alcohol y o un carbonato y el líquido de reacción así obtenido se somete a destilación, de modo de separar y recuperar un dialcóxido de dialquilestano de un producto originado del componente activo.

- 20 Tal como se describió con anterioridad, una composición catalizadora de alcóxido de alquilestano usado en un carbonato producción se descompone térmicamente a través de calentamiento, formando materia descompuesta térmicamente que no exhibe actividad en la producción de carbonato. El mecanismo de reacción de te descomposición térmica no queda claro, pero se presume que la descomposición térmica se produce por reacción de desproporcionamiento tal como se indica en la siguiente fórmula (9):



(9).

- 25 Tal como se muestra en la fórmula anterior, después de que un componente activo que tiene dos enlaces de estaño-carbono en cada átomo de estaño se someta a descomposición térmica, el componente activo cambia a materia descompuesta térmicamente que contiene un compuesto de trialquilestano y un componente de estaño de alto punto de ebullición de estructura no identificable. De la materia descompuesta térmicamente, el compuesto de trialquilestano (por ejemplo, un alcóxido de trialquilestano) tiene un punto de ebullición relativamente bajo entre los componentes en la composición catalizadora de alcóxido de alquilestano y así, se puede separar del componente activo por destilación. Por otro lado, de la materia descompuesta térmicamente, el componente de estaño de alto punto de ebullición de estructura no identificable se puede precipitar como sólido utilizando la diferencia en punto de fusión o solubilidad al el componente activo y luego separar (ya sea parcial o completamente) del componente activo por filtración, pero se halló que el rendimiento de recuperación de componente activo puede ser bajo. Los presentes inventores llevaron a cabo asiduos estudios y como resultado, conjeturaron que, como el componente activo tetraalquildialcoxidistannoxano forma una estructura dimérica y adopta fácilmente una estructura de escalera tal como se indica en la siguiente fórmula (10), la descomposición térmica resulta no sólo en la fórmula asumida previamente (9) pero también un compuesto en el que el componente activo y parte de la materia descompuesta térmicamente se unen de modo covalente tal como se indica en la siguiente fórmula (10):

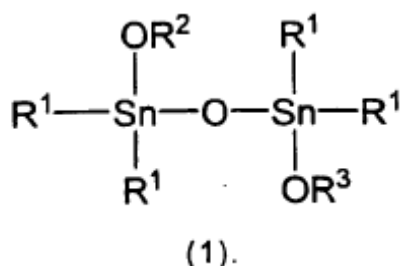


(10).

Como resultado, se piensa que en el método anterior usando solidificación, es probable el caso de que el componente activo unido a la parte de la materia descompuesta térmicamente se elimine junto con la materia descompuesta térmicamente y, así, se reduzca la velocidad de recuperación y por el contrario, la materia térmicamente descompuesta se recupera junto con el componente activo y, así, la separación no se puede llevar a cabo de manera eficiente. Como un método de separación distinto de la filtración, se puede prever la separación por destilación, pero bajo un grado de vacío (por ejemplo, una presión no inferior a 0,1 kPa) y una temperatura de no más de 250 °C que es un rango de temperatura fácil de usar en la industrial, no fue posible llevar a cabo la separación de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo. Se presume que es porque el componente desactivado de alto punto de ebullición tiene un punto de ebullición superior a 250 °C (a presión normal) y más aún, muchos tetraalquildialcoxidistannoxanos (es decir, algunos componente activos) que también tienen un punto de ebullición superior a 250 °C (a presión normal) y, por otra parte, en el caso en que el componente activo se una a una parte de la materia descompuesta térmicamente tal como se conjeturó con anterioridad, ya que el punto de ebullición de la materia unida es generalmente superior a 250 °C (a presión normal) y más aún, debido a la unión, es imposible la separación de sólo el componente activo. La separación por destilación fue así imposible en condiciones de temperatura y presión reducida que son fáciles para usar en escala industrial.

Los presentes inventores llevaron a cabo así otros estudios asiduos y, como resultado, realizaron la presente invención después de descubrir que, si la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable que contiene el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo tal como se describió con anterioridad se hace reaccionar con un alcohol y/o un carbonato, de modo de obtener un líquido de reacción con contenido de un producto originado del componente activo y el líquido de reacción se somete a destilación, entonces sorprendentemente, se puede separar un dialcóxido de dialquilestaño y recuperar del producto originado del componente activo. Es decir, los presentes inventores descubrieron un método para separar y recuperar el componente activo como el dialcóxido de dialquilestaño a partir de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable que contiene el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo y, como resultado, tuvieron éxito al permitir la separación y la recuperación del componente activo de manera eficiente.

En primer lugar, se describen los compuestos usados en la presente invención. El componente activo usado en la presente invención es un componente que tiene dos enlaces de estaño-carbono en cada átomo de estaño lo que constituye un alcóxido de alquilestaño, por ejemplo, un compuesto representado por la fórmula química (1), la fórmula química (4) o la fórmula química (5):



(en donde

R¹ representa un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono o un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono; y

cada uno de R² y R³ representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono; con preferencia, cada uno de R² y R³ es un grupo alifático saturado de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, con mayor preferencia, un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono).

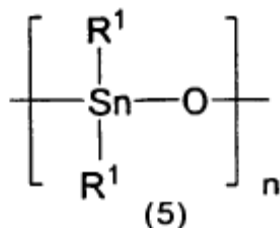
Los ejemplos del tetraalquildialcoxidistannoxano representado por la fórmula (1) incluyen

- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutoxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipentiloxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dihexiloxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipropoxi-distannoxano (isómeros),
- 5 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutoxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dibutoxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dipentiloxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrafenil-1,3-dihexiloxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dibutoxi-distannoxano (isómeros),
- 10 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dipentiloxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrakis(trifluorobutil)-1,3-dihexiloxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dibutoxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dipentiloxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrakis(pentafluorobutil)-1,3-dihexiloxi-distannoxano (isómeros),
- 15 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dibutoxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dipentiloxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrakis(heptafluorobutil)-1,3-dihexiloxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dibutoxi-distannoxano (isómeros),
- 1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dipentiloxi-distannoxano (isómeros),
- 20 1,1,3,3-tetrakis(nonafluorobutil)-1,3-dihexiloxi-distannoxano (isómeros) y
- 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi-distannoxano (isómeros).

Los ejemplos preferibles incluyen tetraalquildialcoxidistannoxanos en los que R¹ es un grupo alquilo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono. En el caso en que la cantidad de átomos de carbono sea baja, el producto dialcóxido de dialquilestaño está próximo a volverse sólido, mientras que en el caso en que la cantidad de átomos de carbono es alta, la viscosidad del producto puede ser alta, de modo que se reduce la fluidez. Los ejemplos de particular preferencia incluyen así tetraalquildialcoxidistannoxanos en los que R¹ es un grupo alquilo que tiene de 4 a 8 átomos de carbono. Sus ejemplos incluyen

- tetra(n-butil)-di(n-butoxi)-distannoxano,
- tetra(n-butil)-bis(2-metilpropiloxi)-distannoxano,
- 30 tetra(n-butil)-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano,
- tetra(n-butil)-bis(2-metilbutiloxi)-distannoxano,
- tetra(n-butil)-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano,
- tetra(n-octil)-di(n-butoxi)-distannoxano,
- tetra(n-octil)-bis(2-metilpropiloxi)-distannoxano,
- 35 tetra(n-octil)-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano,
- tetra(n-octil)-bis(2-metilbutiloxi)-distannoxano y
- tetra(n-octil)-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano.

Se sabe que tal tetraalquildialcoxidistannoxano representado por la siguiente fórmula (1) existe en general en forma de un multímero; en la fórmula anterior (1), el tetraalquildialcoxidistannoxano se muestra con una estructura monomérica, pero el tetraalquildialcoxidistannoxano puede tener una estructura multimérica o comprende un agregado. El anterior tetraalquildialcoxidistannoxano contenido en la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se hidroliza fácilmente en agua de modo de cargarla en un óxido de dialquilestaño representado por la siguiente fórmula (5), pero el óxido de dialquilestaño se puede volver a cambiar a tetraalquildialcoxidistannoxano por medio de una reacción de deshidratación con un alcohol. La composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño puede contener así el óxido de dialquilestaño representado por la siguiente fórmula (5):



(en donde

R^1 representa un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono o un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono).

Los ejemplos del óxido de dialquilestaño representado por la fórmula anterior (5) incluyen óxido de dimetilestaño, óxido de dietilestaño, óxido de dipropilestaño (isómeros), óxido de dibutilestaño (isómeros), óxido de dipentilestaño (isómeros), óxido de dihexilestaño (isómeros), óxido de diheptilestaño (isómeros), óxido de dioctilestaño (isómeros), óxido de divinilestaño, óxido de dialilestaño, óxido de dicitlohexilestaño, óxido de dicitlooctilestaño, óxido de bis(trifluorobutil)estaño, óxido de bis(pentafluorobutil)estaño, óxido de bis(heptafluorobutil)estaño, óxido de bis(nonafluorobutil)estaño, óxido de difenilestaño, óxido de dibencilestaño, óxido de difenetilestaño y óxido de ditolilestaño. Los ejemplos preferibles incluyen óxidos de dialquilestaño en los que R^1 es un grupo alquilo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono. En el caso en que la cantidad de átomos de carbono es baja, el producto dialcóxido de dialquilestaño es propenso a volverse sólido, mientras que, en el caso en que la cantidad de átomos de carbono es alta, la viscosidad del producto puede ser alta, de modo que decrece la fluidez. Los ejemplos de particular preferencia incluyen así óxidos de dialquilestaño en los que R^1 es un grupo alquilo que tiene de 4 a 8 átomos de carbono, donde los ejemplos incluyen óxido de di(n-butil)estaño y óxido de di(n-octil)estaño.

A continuación, se describirá la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño usada en la presente invención y el componente desactivado de alto punto de ebullición. La composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño en la presente invención se puede obtener haciéndola reaccionar con dióxido de carbono en la producción de un carbonato, luego separando el carbonato por destilación y luego someter nuevamente la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño contenida en el residuo de destilación a una reacción de deshidratación. La composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se calienta en cada etapa y, así, se produce la descomposición térmica, de modo que se produce un componente desactivado de alto punto de ebullición. El componente desactivado de alto punto de ebullición en la presente invención es así un componente obtenido por descomposición térmica cuando se repiten las etapas descritas más abajo, no siendo identificable un componente de estaño de alto punto de ebullición (punto de ebullición superior a 250 °C) de estructura no identificable.

El proceso de producción de carbonato en la presente invención típicamente comprende las siguientes etapas:

Etapa (A): A la etapa en la que un material de partida que comprende un compuesto de dialquilestaño o una mezcla obtenida en la etapa (C) siguiente se somete a una reacción de deshidratación con un alcohol como un reactivo, obteniendo así un líquido de reacción con contenido de un dialcóxido de dialquilestaño derivado del compuesto de dialquilestaño.

Etapa (B): A la etapa en la que el líquido de reacción obtenido en la etapa (A) se hace reaccionar con dióxido de carbono, obteniendo así un líquido de reacción con contenido de un carbonato.

Etapa (C): A la etapa en la que el líquido de reacción obtenido en la etapa (B) se separa por destilación en el

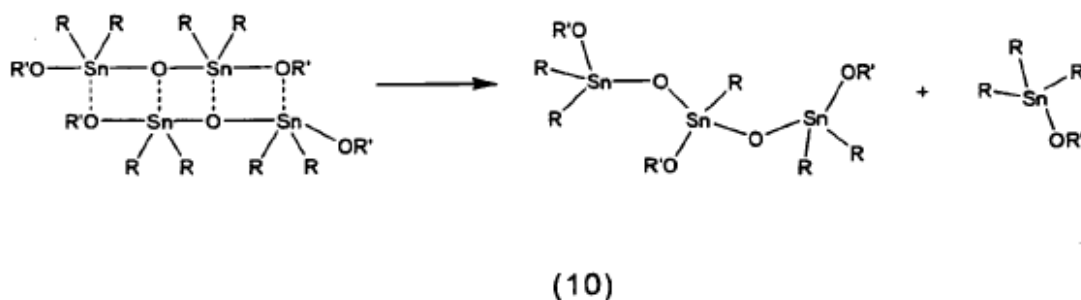
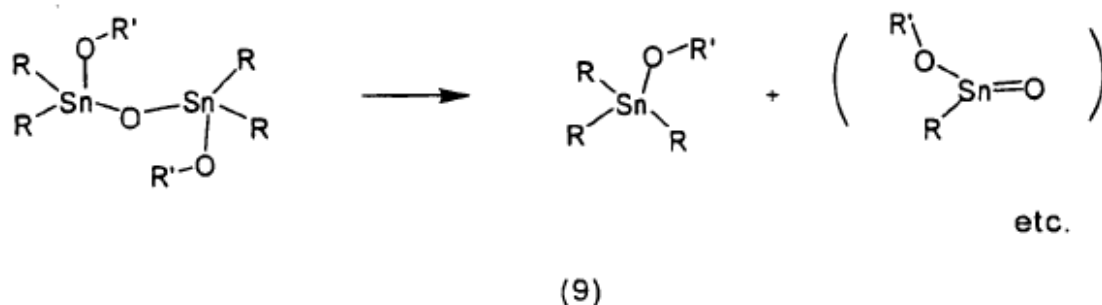
carbonato y una mezcla que contiene el compuesto de dialquilestaño y materia descompuesta térmicamente del compuesto de dialquilestaño y la mezcla retorna a la etapa (A) como material de partida.

5 Las condiciones de temperatura y presión difieren entre las respectivas etapas. En la etapa (A), la reacción se lleva a cabo, por ejemplo, a una temperatura en un intervalo de 80 a 180 °C y una presión en un intervalo de 20 a 1×10^6 Pa, de modo de obtener el líquido de reacción con contenido de el dióxido de dialquilestaño. A continuación, en la etapa (B), el líquido de reacción obtenido en la etapa (A) y dióxido de carbono se hacen reaccionar juntos, por ejemplo, a una temperatura en un intervalo de 80 a 180 °C y una presión en un intervalo de 0,5 a 50 MPa-G, de modo de obtener el líquido de reacción con contenido de te carbonato. A continuación, en la etapa (C), el líquido de reacción obtenido en la etapa (B) se somete a destilación, por ejemplo, a una temperatura en un intervalo de 250 °C
10 y una presión en un intervalo de 0,1 a 2×10^5 Pa, separando así el carbonato.

De este modo, cada una de las etapas se lleva a cabo a una temperatura y presión respectivamente apropiadas. En cada una de las etapas, la temperatura es superior a temperatura ambiente, llevando a cabo la etapa en estado caliente. Por otro lado, por ejemplo, las etapas (A) y (C) se llevan a cabo a una presión relativamente baja, mientras que la etapa (B) se lleva a cabo a alta presión. Por otra parte, en las etapas (B) y (C), se añade dióxido de carbono al sistema de reacción y, así, tiene lugar la reacción que es diferente de una de la etapa (A). Así, se presume que la materia descompuesta térmicamente producida en las respectivas etapas se debe a diferentes reacciones y, así, se piensa que la materia descompuesta térmicamente no sólo se debe a la etapa de reacción de deshidratación tal como se establece en la técnica anterior, sino que más bien es más compleja.
15

Se presumió que la materia descompuesta térmicamente se produce por reacción de desproporcionamiento mostrada en la siguiente fórmula (9), pero, tal como se describió antes, un tetraalquildialcoxidistannoxano adopta una estructura de escalera con facilidad y, así, se cree que la materia descompuesta térmicamente también se produce a través de la fórmula de reacción mostrada en la fórmula (10) siguiente. La materia descompuesta térmicamente exhibe diferentes desplazamientos químicos al componente activo en el análisis de ^{119}Sn -RMN. De la materia descompuesta térmicamente, presumida como un compuesto de trialquilestaño (por ejemplo, un alcóxido de trialquilestaño), exhibe un desplazamiento químico de 60 a 140 ppm en base a tetrametilestaño, mientras que el componente desactivado de alto punto de ebullición de estructura no identificable contiene a átomos de estaño que exhiben desplazamientos químicos de -220 a -610 ppm. La materia descompuesta térmicamente también puede contener en algunos casos un tetraalquilestaño y/u óxido de estaño (SnO_2). Sin embargo, el tetraalquilestaño se puede separar por destilación o similares. Más aún, en el caso de que esté presente el óxido de estaño, el óxido de estaño se puede separar junto con el componente activo por medio del método de la presente invención y más aún, el óxido de estaño es en general, sólido y, así, se puede separar usando un método públicamente conocido como filtración.
20
25
30

El componente desactivado de alto punto de ebullición en la presente invención es un componente producido por medio de descomposición térmica del componente activo tal como se describió con anterioridad (por ejemplo, fórmula (9) y/o fórmula (10)). La presente invención se aplica con preferencia a un componente desactivado de alto punto de ebullición producido a partir de un tetraalquildialcoxidistannoxano como anteriormente por descomposición térmica. El componente desactivado de alto punto de ebullición producido a partir de tetraalquildialcoxidistannoxano por descomposición térmica tiene un punto de ebullición superior a 250 °C (a presión normal) y más aún, no se puede separar por destilación en no más de 250 °C del correspondiente tetraalquildialcoxidistannoxano.
35



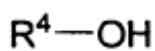
Los ejemplos del alcóxido de trialquilestano en la fórmula (9) o (10) incluyen

- 5 trimetil-metoxi-estaño, trimetil-etoxi-estaño, trimetil-propoxi-estaño (isómeros), trimetil-butoxi-estaño (isómeros), trimetil-pentiloxi-estaño (isómeros), trimetil-hexiloxi-estaño (isómeros), trimetil-heptiloxi-estaño (isómeros), trimetil-octiloxi-estaño (isómeros), trimetil-noniloxi-estaño (isómeros), trimetil-deciloxi-estaño (isómeros), trimetil-benciloxi-estaño, trimetil-feniletoxi-estaño, butil-dimetil-metoxi-estaño, butil-dimetil-etoxi-estaño, butil-dimetil-propoxi-estaño (isómeros), butil-dimetil-butoxi-estaño (isómeros), butil-dimetil-pentiloxi-estaño (isómeros), butil-dimetil-hexiloxi-estaño (isómeros), butil-dimetil-heptiloxi-estaño (isómeros), butil-dimetil-octiloxi-estaño (isómeros), butil-dimetil-noniloxi-estaño (isómeros), butil-dimetil-deciloxi-estaño (isómeros), butil-dimetil-benciloxi-estaño, butil-dimetil-feniletoxi-estaño, dibutil-metil-metoxi-estaño, dibutil-metil-etoxi-estaño, dibutil-metil-propoxi-estaño (isómeros), dibutil-metil-butoxi-estaño (isómeros), dibutil-metil-pentiloxi-estaño (isómeros), dibutil-metil-hexiloxi-estaño (isómeros), dibutil-metil-heptiloxi-estaño (isómeros), dibutil-metil-octiloxi-estaño (isómeros), dibutil-metil-noniloxi-estaño (isómeros), dibutil-metil-deciloxi-estaño (isómeros), dibutil-metil-benciloxi-estaño, dibutil-metil-feniletoxi-estaño, butil-dietil-metoxi-estaño, butil-dietil-etoxi-estaño, butil-dietil-propoxi-estaño (isómeros), butil-dietil-butoxi-estaño (isómeros), butil-dietil-pentiloxi-estaño (isómeros), butil-dietil-hexiloxi-estaño (isómeros), butil-dietil-heptiloxi-estaño (isómeros), butil-dietil-octiloxi-estaño (isómeros), butil-dietil-noniloxi-estaño (isómeros), butil-dietil-deciloxi-estaño (isómeros), butil-dietil-benciloxi-estaño, butil-dietil-feniletoxi-estaño, dibutil-etil-metoxi-estaño, dibutil-etil-etoxi-estaño, dibutil-etil-propoxi-estaño (isómeros), dibutil-etil-butoxi-estaño (isómeros), dibutil-etil-pentiloxi-estaño (isómeros), dibutil-etil-hexiloxi-estaño (isómeros), dibutil-etil-heptiloxi-estaño (isómeros), dibutil-etil-octiloxi-estaño (isómeros), dibutil-etil-noniloxi-estaño (isómeros), dibutil-etil-deciloxi-estaño (isómeros), dibutil-etil-benciloxi-estaño, dibutil-etil-feniletoxi-estaño, butil-dipropil-metoxi-estaño, butil-dipropil-etoxi-estaño, butil-dipropil-propoxi-estaño (isómeros), butil-dipropil-butoxi-estaño (isómeros), butil-dipropil-pentiloxi-estaño (isómeros), butil-dipropil-hexiloxi-estaño (isómeros), butil-dipropil-heptiloxi-estaño (isómeros), butil-dipropil-octiloxi-estaño (isómeros), butil-dipropil-noniloxi-estaño (isómeros), butil-dipropil-deciloxi-estaño (isómeros), butil-dipropil-benciloxi-estaño, butil-dipropil-feniletoxi-estaño, dibutil-propil-metoxi-estaño, dibutil-propil-etoxi-estaño, dibutil-propil-propoxi-estaño (isómeros), dibutil-propil-butoxi-estaño (isómeros), dibutil-propil-pentiloxi-estaño (isómeros), dibutil-propil-hexiloxi-estaño (isómeros), dibutil-propil-heptiloxi-estaño (isómeros), dibutil-propil-octiloxi-estaño (isómeros), dibutil-propil-noniloxi-estaño (isómeros), dibutil-propil-deciloxi-estaño (isómeros), dibutil-propil-benciloxi-estaño, dibutil-propil-feniletoxi-estaño, tributil-metoxi-estaño, tributil-etoxi-estaño, tributil-propoxi-estaño (isómeros), tributil-butoxi-estaño (isómeros), tributil-benciloxi-estaño, tributil-feniletoxi-estaño, trifenil-metoxi-estaño, trifenil-etoxi-estaño, trifenil-propoxi-estaño (isómeros), trifenil-butoxi-estaño (isómeros), trifenil-pentiloxi-estaño (isómeros), trifenil-hexiloxi-estaño (isómeros), trifenil-heptiloxi-estaño (isómeros), trifenil-octiloxi-estaño (isómeros), trifenil-noniloxi-estaño (isómeros), trifenil-deciloxi-estaño (isómeros), trifenil-benciloxi-estaño, trifenil-feniletoxi-estaño, metoxi-tris-(trifluorobutil)-estaño, etoxi-tris-(trifluorobutil)-estaño, propoxi-tris-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), butoxi-tris-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), pentiloxi-tris-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), hexiloxi-tris-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), heptiloxi-tris-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), octiloxi-tris-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), noniloxi-tris-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), deciloxi-

5 tris-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), benciloxi-tris-(trifluorobutil)-estaño, feniletoxi-tris-(trifluorobutil)-estaño, metoxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño, etoxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño, propoxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), butoxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), pentiloxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), hexiloxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), heptiloxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), octiloxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), noniloxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), deciloxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), benciloxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño, feniletoxi-tris-(pentafluorobutil)-estaño, metoxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño, etoxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño, propoxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), butoxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), pentiloxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), hexiloxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), heptiloxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), octiloxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), noniloxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), deciloxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), benciloxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño, feniletoxi-tris-(heptafluorobutil)-estaño, metoxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño, etoxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño, propoxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), butoxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), pentiloxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), hexiloxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), heptiloxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), octiloxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), noniloxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), deciloxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), benciloxi-tris-(nonafluorobutil)-estaño y feniletoxi-tris-(n onfluorobutil)-estaño.

20 Más aún, los detalles del componente desactivado que es una contraparte del alcóxido de trialquilestaño producido por reacción de desproporcionamiento mostrada en la fórmula (9) no son claros, pero los ejemplos incluyen óxidos de monoalcóxido de alquilestaño. Sus ejemplos incluyen compuestos de monoalquilestaño tales como óxido de metil-metoxi-estaño, óxido de metil-etoxi-estaño, óxido de metil-propoxi-estaño (isómeros), óxido de metil-butoxi-estaño (isómeros), óxido de metil-pentiloxi-estaño (isómeros), óxido de metil-hexiloxi-estaño (isómeros), óxido de metil-heptiloxi-estaño (isómeros), óxido de metil-octiloxi-estaño (isómeros), óxido de metil-noniloxi-estaño (isómeros), óxido de metil-deciloxi-estaño (isómeros), óxido de butil-metoxi-estaño, óxido de butil-etoxi-estaño, óxido de butil-propoxi-estaño (isómeros), óxido de butil-butoxi-estaño (isómeros), óxido de butil-benciloxi-estaño, óxido de butil-feniletoxi-estaño, óxido de octil-metoxi-estaño, óxido de octil-etoxi-estaño, óxido de octil-propoxi-estaño (isómeros), óxido de octil-butoxi-estaño (isómeros), óxido de octil-benciloxi-estaño, óxido de octil-feniletoxi-estaño, óxido de fenil-metoxi-estaño, óxido de fenil-etoxi-estaño, óxido de fenil-propoxi-estaño (isómeros), óxido de fenil-butoxi-estaño (isómeros), óxido de fenil-pentiloxi-estaño (isómeros), óxido de fenil-hexiloxi-estaño (isómeros), óxido de fenil-heptiloxi-estaño (isómeros), óxido de fenil-octiloxi-estaño (isómeros), óxido de fenil-noniloxi-estaño (isómeros), óxido de fenil-deciloxi-estaño (isómeros), óxido de fenil-benciloxi-estaño, óxido de fenil-feniletoxi-estaño, óxido de metoxi-(trifluoro-butil)-estaño, óxido de etoxi-(trifluoro-butil)-estaño, óxido de propoxi-(trifluoro-butil)-estaño (isómeros), óxido de butoxi-(trifluoro-butil)-estaño (isómeros), óxido de pentiloxi-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de hexiloxi-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de heptiloxi-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de octiloxi-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de noniloxi-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de deciloxi-(trifluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de benciloxi-(trifluorobutil)-estaño, óxido de feniletoxi-(trifluorobutil)-estaño, óxido de metoxi-(pentafluorobutil)-estaño, óxido de etoxi-(pentafluorobutil)-estaño, óxido de propoxi-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de butoxi-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de pentiloxi-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de hexiloxi-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de heptiloxi-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de octiloxi-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de noniloxi-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de deciloxi-(pentafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de benciloxi-(pentafluorobutil)-estaño, óxido de feniletoxi-(pentafluorobutil)-estaño, óxido de metoxi-(heptafluorobutil)-estaño, óxido de etoxi-(heptafluorobutil)-estaño, óxido de propoxi-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de butoxi-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de pentiloxi-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de hexiloxi-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de heptiloxi-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de octiloxi-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de noniloxi-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de deciloxi-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de benciloxi-(heptafluorobutil)-estaño, óxido de feniletoxi-(heptafluorobutil)-estaño, óxido de metoxi-(nonafluorobutil)-estaño, óxido de etoxi-(nonafluorobutil)-estaño, óxido de propoxi-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de butoxi-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de pentiloxi-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de hexiloxi-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de heptiloxi-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de octiloxi-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de noniloxi-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de deciloxi-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), óxido de benciloxi-(nonafluorobutil)-óxido de estaño y óxido de feniletoxi-(nonafluorobutil)-estaño.

55 A continuación, se describirán el alcohol y carbonato usados en la presente invención. En primer lugar, como el alcohol, se puede usar uno que tiene una estructura química representada por la siguiente fórmula (2):



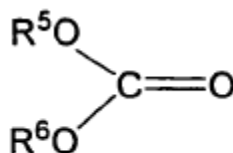
(2)

(en donde

5 R^4 representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono.).

10 Los ejemplos del alcohol representado por la siguiente fórmula (2) incluyen metanol, etanol, propanol (isómeros), butanol (isómeros), pentanol (isómeros), hexanol (isómeros), heptanol (isómeros), octanol (isómeros), nonanol (isómeros), decanol (isómeros), ciclohexanol; cicloheptanol, ciclooctanol, fenilmetanol y 2-fenil-etanol, incluyendo los ejemplos preferibles butanol (isómeros), pentanol (isómeros), hexanol (isómeros), heptanol (isómeros) y octanol (isómeros). De estos alcoholes, se prefieren en particular n-butanol, 2-metil-1-propanol, n-pentanol, 3-metil-1-butanol, 2-metil-1-butanol, n-hexanol y 2-etil-1-butanol.

A continuación, como el carbonato usado en la presente invención, se puede emplear uno que tiene una estructura química representada por la siguiente fórmula (3):



(3)

15

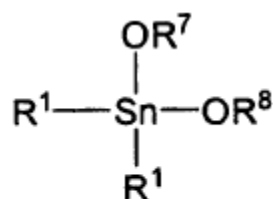
(en donde:

20 cada uno de R^5 y R^6 representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono.).

25 Los ejemplos del carbonato representado por la siguiente fórmula (3) incluyen carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo (isómeros), carbonato de dibutilo (isómeros), carbonato de dipentilo (isómeros), carbonato de dihexilo (isómeros), carbonato de dioctilo (isómeros), carbonato de di(ciclopentilo), carbonato de di(ciclohexilo) y carbonato de dibencilo. Los carbonatos de particular preferencia son aquellos en los que cada uno de R^5 y R^6 en la fórmula química anterior (4) es un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 4 a 8 átomos de carbono, con mayor preferencia, un grupo alifático que tiene de 4 a 6 átomos de carbono. Sus ejemplos incluyen carbonato de di-n-butilo, carbonato de bis(2-metilpropilo), carbonato de di(n-pentilo), carbonato de bis(3-metilbutilo), carbonato de bis(2-metilbutilo), carbonato de di(n-hexilo) y carbonato de bis(2-eti)butilo).

30 La composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable que contiene el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo tal como se describió con anterioridad se hace reaccionar con el alcohol y/o carbonato, de modo de obtener un líquido de reacción con contenido de un producto originado del componente activo y luego el líquido de reacción se somete a destilación, por lo cual un dialcóxido de dialquilestaño representado por la siguiente fórmula (4) se puede separar y recuperar del producto originado del componente activo:

35



(4)

(en donde

R^1 representa un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono o un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono; y

cada uno de R^7 y R^8 representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono; cada uno de R^7 y R^8 corresponde al grupo alcoxi del componente activo o R^4 en el alcohol o R^5 o R^6 en el carbonato, en donde al menos uno de R^7 y R^8 corresponde a R^4 , R^5 o R^6 .

Los ejemplos del dialcóxido de dialquilestano representado por la siguiente fórmula (4) incluyen compuestos de alquilalcoxiestano tales como dimetil-dimetoxi-estano, dimetil-dietoxi-estano, dimetil-dipropoxi-estano (isómeros), dimetil-dibutoxi-estano (isómeros), dimetil-dipentiloxi-estano (isómeros), dimetil-dihexiloxi-estano (isómeros), dimetil-diheptiloxi-estano (isómeros), dimetil-dioctiloxi-estano (isómeros), dimetil-dinoniloxi-estano (isómeros), dimetil-dideciloxi-estano (isómeros), butil-dimetoxi-metil-estano, butil-dietoxi-metil-estano, butil-dipropoxi-metil-estano (isómeros), butil-dibutoxi-metil-estano (isómeros), butil-dipentiloxi-metil-estano (isómeros), butil-dihexil-metil-estano (isómeros), butil-diheptiloxi-metil-estano (isómeros), butil-dioctiloxi-metil-estano (isómeros), butil-dimetoxi-etil-estano, butil-dietoxi-etil-estano, butil-dipropoxi-etil-estano (isómeros), butil-dibutoxi-etil-estano (isómeros), butil-dipentiloxi-etil-estano (isómeros), butil-dihexil-etil-estano (isómeros), butil-diheptiloxi-etil-estano (isómeros), butil-dioctiloxi-etil-estano (isómeros), butil-dietoxi-propil-estano, butil-dipropoxi-propil-estano (isómeros), butil-dibutoxi-propil-estano (isómeros), butil-dipentiloxi-propil-estano (isómeros), butil-dihexiloxi-propil-estano (isómeros), butil-diheptiloxi-propil-estano (isómeros), butil-dioctiloxi-propil-estano (isómeros), dibutil-dimetoxi-estano, dibutil-dietoxi-estano, dibutil-dipropoxi-estano (isómeros), dibutil-dibutoxi-estano (isómeros), dibutil-bis(benciloxi)-estano, dibutil-bis(feniletexi)-estano, dioctil-dimetoxi-estano, dioctil-dietoxi-estano, dioctil-dipropoxi-estano (isómeros), dioctil-dibutoxi-estano (isómeros), dioctil-bis(benciloxi)-estano, dioctil-bis(feniletexi)-estano, difenil-dimetoxi-estano, difenil-dietoxi-estano, difenil-dipropoxi-estano (isómeros), ifenil-dibutoxi-estano (isómeros), difenil-di(pentiloxi)-estano (isómeros), difenil-di(hexiloxi)-estano (isómeros), difenil-di(heptiloxi)-estano (isómeros), difenil-di(octiloxi)-estano (isómeros), difenil-di(noniloxi)-estano (isómeros), difenil-di(deciloxi)-estano (isómeros), difenil-bis(benciloxi)-estano, difenil-bis(feniletexi)-estano, dimetoxi-bis-(trifluoro-butyl)-estano, dietoxi-bis-(trifluoro-butyl)-estano, dipropoxi-bis-(trifluoro-butyl)-estano (isómeros), dibutoxi-bis-(trifluoro-butyl)-estano (isómeros), di(pentiloxi)-bis-(trifluorobutil)-estano (isómeros), di(hexiloxi)-bis-(trifluorobutil)-estano (isómeros), di(heptiloxi)-bis-(trifluorobutil)-estano (isómeros), di(octiloxi)-bis-(trifluorobutil)-estano (isómeros), di(noniloxi)-bis-(trifluorobutil)-estano (isómeros), di(deciloxi)-bis-(trifluorobutil)-estano (isómeros), bis(benciloxi)-bis-(trifluorobutil)-estano, bis(feniletexi)-bis-(trifluorobutil)-estano, dimetoxi-bis-(pentafluorobutil)-estano, dietoxi-bis-(pentafluorobutil)-estano, dipropoxi-bis-(pentafluorobutil)-estano (isómeros), dibutoxi-bis-(pentafluorobutil)-estano (isómeros), dipentiloxibis-(pentafluorobutil)-estano (isómeros), dihexiloxi-bis-(pentafluorobutil)-estano (isómeros), diheptiloxi-bis-(pentafluorobutil)-estano (isómeros), dioctiloxi-bis-(pentafluorobutil)-estano (isómeros), dinoniloxi-bis-(pentafluorobutil)-estano (isómeros), dideciloxi-bis-(pentafluorobutil)-estano (isómeros), bisbenciloxi-bis-(pentafluorobutil)-estano, bisfeniletexi-bis-(pentafluorobutil)-estano, dimetoxi-bis-(heptafluorobutil)-estano, dietoxi-bis-(heptafluorobutil)-estano, dipropoxi-bis-(heptafluorobutil)-estano (isómeros), dibutoxi-bis-(heptafluorobutil)-estano (isómeros), dipentiloxibis-(heptafluorobutil)-estano (isómeros), dihexiloxi-bis-(heptafluorobutil)-estano (isómeros), diheptiloxi-bis-(heptafluorobutil)-estano (isómeros), dioctiloxi-bis-

(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), dinoniloxi-bis-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), dideciloxi-bis-(heptafluorobutil)-estaño (isómeros), bisbenciloxi-bis-(heptafluorobutil)-estaño, bisfeniletoxi-bis-(heptafluorobutil)-estaño, dimetoxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño, dietoxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño, dipropoxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), dibutoxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), dipentiloxibis-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), dihexiloxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), diheptiloxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), dioctiloxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), dinoniloxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), dideciloxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño (isómeros), bisbenciloxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño y bisfeniletoxi-bis-(nonafluorobutil)-estaño. Los ejemplos de particular preferencia incluyen di(n-butil)-di(n-butoxi)estaño, di(n-butil)-bis(3-metilbutiloxi)estaño, di(n-butil)-bis(2-metilbutiloxi)estaño, di(n-butil)-bis(2-etilbutiloxi)estaño, di(n-octil)-di(n-butoxi)estaño, di(n-octil)-bis(3-metilbutiloxi)estaño, di(n-octil)-bis(2-metilbutiloxi)estaño y di(n-octil)-bis(2-etilbutiloxi)estaño.

Diversos ejemplos de medición en los que se analizaron un dialcóxido de dialquilestaño representado por la fórmula química (4), tetraalquildialcoxidistannoxano representado por la fórmula química (1) y alcóxido de trialquilestaño por ^{119}Sn -RMN se muestran en las siguientes Tablas 1 y 2. En el análisis de ^{119}Sn -RMN, los valores de desplazamiento químico para estos compuestos de estaño tienden a ser afectados por concentración, disolvente, etc. y, así, es preferible usar ^{119}Sn -RMN en combinación con ^{13}C -RMN y ^1H -RMN.

El ancho del pico a mitad de altura es casi de 1 a 4 ppm para el desplazamiento de ^{119}Sn -RMN para un dialcóxido de dialquilestaño representado por la fórmula química (4) y más aún, el valor de desplazamiento químico cambia con la concentración, el movimiento hacia un mayor campo magnético con mayor concentración. Como ejemplo de medición, se muestran los resultados de análisis para el dibutil-bis(2-etilhexiloxi)-estaño en la siguiente Tabla 1.

TABLA 1

TABLA 1: DESPLAZAMIENTO QUÍMICO DE ^{119}Sn -RMN PARA DIBUTIL-BIS(2-ETILHEXILOXI)-ESTAÑO (DISOLVENTE: CDCl_3)

Concentración [% en peso]	Desplazamiento químico de ^{119}Sn -RMN (ppm; en base a SnMe_4)
3,4	2,7
11,2	-6,6
20,5	-19,1
48,3	-64,2

Por otro lado, para los tetraalquildialcoxidistannoxanos representados por la fórmula química (1) y los alcóxidos de trialquilestaño, los desplazamientos químicos de ^{119}Sn -RMN exhiben una forma aguda con un ancho de pico a la mitad de altura de 0,1 a 0,5 ppm y los valores de desplazamiento químico no están muy afectados por la concentración, el disolvente, etc. Como ejemplos de medición, se muestran los resultados de los análisis para diversos compuestos de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(alcoxi)-distannoxanos y tributil-(alcoxi)-estaño en la Tabla 2.

TABLA 2

TABLA 2: DESPLAZAMIENTO QUÍMICO DE ^{119}Sn -RMN PARA COMPUESTOS DE 1,1,3,3-TETRABUTIL-1,3-DIALCOXI-DISTANNOXANOS Y TRIBUTIL-(ALCOXI)-ESTAÑO (DISOLVENTE: CDCl_3)

	DESPLAZAMIENTOS QUÍMICOS DE ^{119}Sn -RMN PARA LAS RESPECTIVAS ESTRUCTURAS (ppm; EN BASE A SnMe_4)		
GRUPO ALCOXI	1,1,3,3-TETRABUTIL-1,3-DIALCOXI-DISTANNOXANO		TRIBUTIL-(ALCOXI)-ESTAÑO
METOXI	-174,1	-180,2	109,4
BUTOXI	-177,5	-187,1	101,0
2-METILPROPILOXI	-174,5	-184,5	100,7
HEXILOXI	-177,6	-186,9	100,4
2-ETILBUTILOXI	-172,5	-184,5	100,8

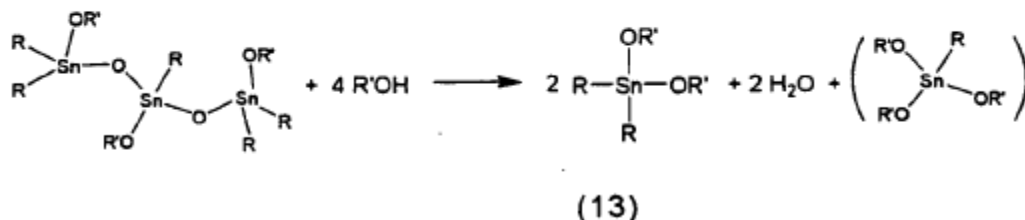
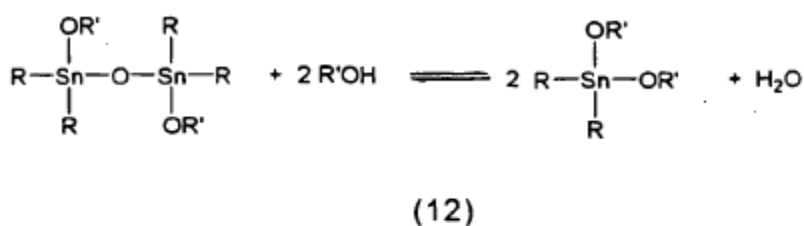
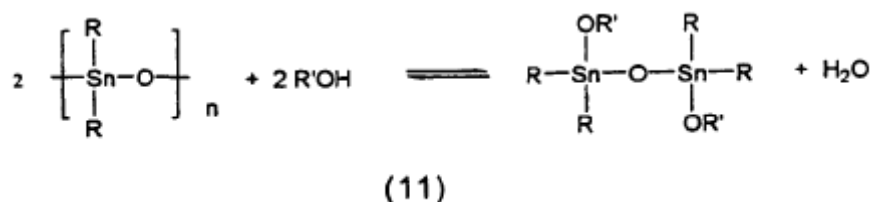
2-ETILHEXILOXI	-172,7	-184,2	100,3
----------------	--------	--------	-------

Tal como se mostró con anterioridad, para el dialcóxido de dialquilestaño, tetraalquildialcoxidistannoxano y alcóxido de trialquilestaño, la identificación por ^{119}Sn -RMN es relativamente fácil. Sin embargo, para el componente desactivado de alto punto de ebullición de estructura no identificable, después del análisis con ^{119}Sn -RMN, se ve una pluralidad de desplazamientos químicos durante un intervalo de -220 a -610 ppm. Se presume que este fenómeno se debe a la compleja estructura del componente desactivado de alto punto de ebullición y como resultado, la estructura es extremadamente difícil de identificar.

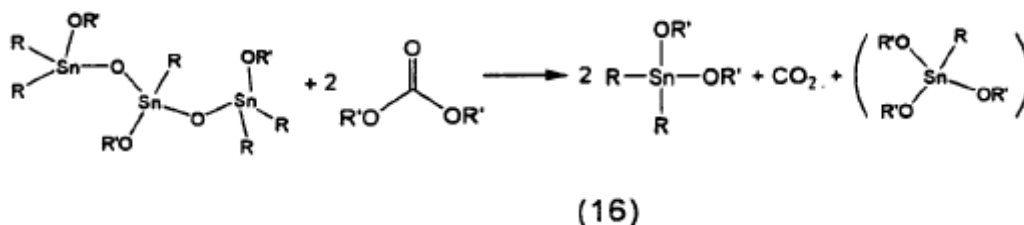
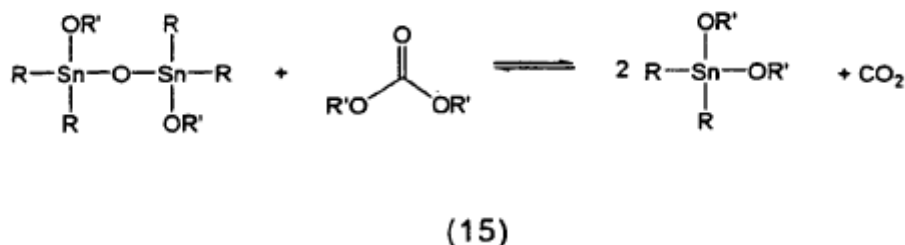
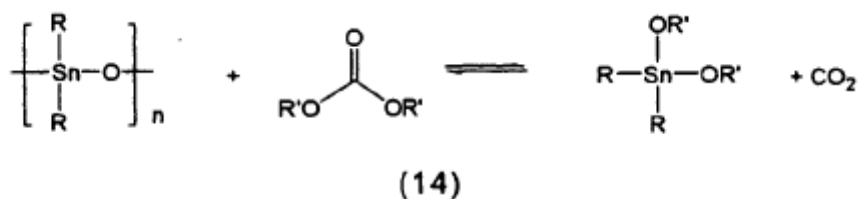
La composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño térmicamente descompuesta forma una mezcla con un alcóxido de trialquilestaño y un componente desactivado de alto punto de ebullición que tiene una estructura compleja tal como se describió con anterioridad y más aún, su reactividad, etc. no queda clara; sin embargo, si la mezcla se hace reaccionar con un alcohol y/o un carbonato de modo de obtener un líquido de reacción con contenido de un producto originado del componente activo contenido en la mezcla y luego el líquido de reacción se somete a destilación, entonces sorprendentemente, un se puede separar y recuperar un dialcóxido de dialquilestaño útil del producto originado del componente activo.

Es decir, en la presente invención, tal como se indica en la FIG. 1, la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable obtenida de la producción de carbonato que contiene el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo se hace reaccionar con un alcohol y/o un carbonato en la etapa (1) de modo de obtener un líquido de reacción con contenido de un producto originado del componente activo y luego el líquido de reacción se somete a destilación en la etapa (2) de modo de separar y recuperar el dialcóxido de dialquilestaño del producto originado del componente activo.

A continuación, se describirá la reacción llevada a cabo en la etapa (1) del método de recuperación por separación de acuerdo con la presente invención. En el caso de que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable que contiene el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo se haga reaccionar con alcohol, se presume que la deshidratación tiene lugar de la siguiente manera.



Más aún, en caso de usar un carbonato, a pesar de que los detalles del mecanismo de reacción no son claros, se presume que la reacción con liberación del dióxido de carbono tiene lugar de la siguiente manera.



En caso de hacer reaccionar la composición catalizadora de alcóxido de alquilestano con una mezcla de alcohol y carbonato, Se cree que todas las reacciones tienen lugar al mismo tiempo.

5 Se sabe que tal composición catalizadora de alcóxido de alquilestano reacciona con facilidad con dióxido de carbono, formando un complejo que tiene una estructura en la que se inserta el dióxido de carbono en enlaces de oxígeno del estaño y se cree que el producto de la reacción anterior contiene tal complejo de alcóxido de alquilestano-dióxido de carbono. Estos complejos están contenidos en el producto originado del componente activo, pero el dióxido de carbono se elimina durante la separación por destilación y, así, el producto originado del componente activo se recupera como el dialcóxido de dialquilestano.

10 Tal como se describió con anterioridad, la materia descompuesta térmicamente contiene el compuesto de trialquilestano (por ejemplo, un alcóxido de trialquilestano) que tiene un bajo punto de ebullición y, así, se puede separar por destilación. Cuando se lleva a cabo la reacción anterior con la composición catalizadora de alcóxido de alquilestano, el componente de bajo punto de ebullición alcóxido de trialquilestano se puede eliminar así con anterioridad por destilación, de modo de obtener como residuo de destilación una composición catalizadora de alcóxido de alquilestano no destilable que comprende sólo el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo, antes de hacerlo reaccionar con el alcohol y/o carbonato.

15 A continuación, se describirán las condiciones de reacción. Las reacciones que tienen lugar en la etapa (1) pueden incluir reacciones de equilibrio y, así, la velocidad de producción y el rendimiento del producto dialcóxido de dialquilestano dependen ampliamente de la relación molar entre átomos de estaño contenidos en el componente activo y el alcohol y/o carbonato. A pesar de que la variación depende del tipo de alcohol y/o carbonato, la relación de la cantidad total de moles de alcohol y/o carbonato a la cantidad de moles de átomos de estaño contenido en el componente activo está, en general, en un intervalo de 1 a 1000, con preferencia 2 a 100. Como las reacciones son reacciones en equilibrio, en el caso en que se use un exceso de alcohol en base a la cantidad de moles de átomo de estaño en el componente activo contenido en la composición catalizadora de alcóxido de alquilestano, la reacción se puede hacer proceder, en general, más rápidamente, pero si se usa un gran exceso de alcohol, entonces se requiere mucha energía para evaporar el alcohol después de la reacción y, así, se prefiere un intervalo como el anterior. La temperatura de reacción varía según el tipo de alcohol y/o carbonato y la presión de reacción, pero, en general, está en un intervalo de 50 a 200 °C. A una temperatura elevada, tienden a presentarse reacciones secundarias, mientras que a una baja temperatura, la reacción era muy lenta; un intervalo de temperaturas de mayor preferencia es, así, de 60 a 180 °C. La presión de reacción también varía según el tipo de reactivo y es posible llevar a cabo la reacción en condiciones despresurizadas o presurizadas, a pesar de que la reacción se lleva a cabo con preferencia en un intervalo de presión de 20 Pa a 1 MPa. Para eliminar agua y/o dióxido de carbono de manera eficiente del sistema de reacción, un rango de mayor preferencia va de 10 kPa a 0,5 MPa. No hay particulares limitaciones al tiempo de reacción para la reacción llevada a cabo en la etapa (1) en la presente invención (el tiempo de permanencia en el caso de un método continuo), que varía según la temperatura de reacción y presión, pero este

tiempo de reacción está, en general, en un intervalo de 0,001 a 50 horas, con preferencia de 0,01 a 10 horas, con mayor preferencia, de 0,1 a 5 horas.

Tal como se describió con anterioridad, las reacciones que tienen lugar en la etapa (1) pueden incluir reacciones en equilibrio y, así, el dialcóxido de dialquilestaño se obtiene por desplazamiento del equilibrio al lado del producto. Es decir, el dialcóxido de dialquilestaño se obtiene eliminando agua y/o dióxido de carbono del líquido de reacción. Como método de deshidratación, se puede usar un método de deshidratación públicamente conocido. Los ejemplos son destilación, separación de la membrana y un método usando un agente de deshidratación, o similares. Como destilación, se puede usar un método como destilación a presión reducida, destilación a presión, destilación con película de estaño o destilación azeotrópica. Como separación de membrana, se puede usar un método como pervaporación. Como agente de deshidratación, se puede usar un agente de deshidratación públicamente conocido como un tamiz molecular. En el caso de llevar a cabo la reacción usando destilación, la reacción se hace proceder mientras se destila alcohol que contiene agua y/o dióxido de carbono como componente de bajo punto de ebullición.

Más aún, un gas inerte como nitrógeno o argón se puede pasar a través del líquido de reacción de modo de promover la eliminación del agua y/o dióxido de carbono del líquido de reacción. Si el gas inerte contiene agua, entonces el alcóxido de alquilestaño obtenido se puede hidrolizar, resultando en una reducción del rendimiento y, así, el contenido de agua del gas inerte es preferentemente de no más del 0,05% en vol, con preferencia no más del 0,005% en vol.

No hay necesidad de usar un disolvente en la reacción, pero se puede emplear un disolvente inerte que se somete a azeotropía con agua con el objeto de descargar rápidamente el agua producida del sistema o se puede usar un disolvente para mejorar la fluidez o para facilitar la operación de reacción. Los ejemplos de tal disolvente incluyen hidrocarburos de cadena o cíclicos que tienen de 5 a 16 átomos de carbono y éteres que contienen un hidrocarburo de cadena o cíclicos que tiene de 4 a 16 átomos de carbono. Los ejemplos específicos incluyen hidrocarburos de cadena o cíclicos que tiene de 6 a 16 átomos de carbono seleccionado de pentano (isómeros), hexano (isómeros), heptano (isómeros), octano (isómeros), nonano (isómeros), decano (isómeros), tetradecano (isómeros), hexadecano (isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (isómeros), etilbenceno, etc. y éteres seleccionados de éter dietílico, éter dipropílico (isómeros), éter dibutílico (isómeros), éter dihexílico (isómeros), éter dioctílico (isómeros), éter bifenílico, etc.

En el caso de usar un alcohol que tiene un menor punto de ebullición que el agua como metanol o etanol, si se usa un agente azeotrópico que forma una composición azeotrópica que tiene un menor punto de ebullición que el alcohol, entonces el dialcóxido de dialquilestaño se puede obtener en la presente invención por medio del método anterior o, alternativamente, la producción se puede llevar a cabo de modo similar usando un agente deshidratante como un tamiz molecular.

Para la reacción anterior, se puede usar cualquier reactor, por ejemplo, a pesar de que no hay limitación para los siguientes reactores: un reactor discontinuo, reactor semicontinuo, un reactor con tanque de agitación continuo o un reactor de flujo o un reactor combinado en el que se conectan tales reactores. Más específicamente aún, la reacción se lleva a cabo en un reactor de cualquier tipo incluyendo un reactor con tanque agitado, un reactor con tanque agitado multietapa, una columna empaquetada, una columna de destilación, una columna de destilación multietapa, una columna de destilación multietapa continua, un reactor que tiene un soporte dentro o un reactor de circulación forzada. Se puede unir equipamiento de proceso públicamente conocido incluyendo instrumentación como un flujómetro y un termómetro, un rehervidor, una bomba y un condensador si se requiere, y el calentamiento se puede llevar a cabo usando un método públicamente conocido tal como vapor o un calentador, mientras que el enfriamiento se puede llevar a cabo usando un método públicamente conocido como enfriamiento natural, enfriamiento con agua o salmuera.

Después de llevar a cabo la reacción, el líquido de reacción se somete a destilación en la etapa (2) de modo de destilar y así recuperar el dialcóxido de dialquilestaño del producto originado del componente activo. Las condiciones de destilación para el dialcóxido de dialquilestaño varían de acuerdo con el tipo de grupos alquilo y grupos alcoxi, pero la destilación en general se lleva a cabo a una temperatura de vapor de dialcóxido de dialquilestaño comprendida en un intervalo de 30 a 350 °C. Cuando más alta la temperatura, más probablemente se llevará a cabo la descomposición térmica durante la destilación y, así, la destilación con preferencia se lleva a cabo a una temperatura en un intervalo de 30 a 250 °C. La presión varía según el tipo de dialcóxido de dialquilestaño, pero la destilación en general se lleva a cabo en condiciones de presión normal a presión reducida, específicamente de 101 kPa a 0,00013 kPa, con preferencia de 26,6 a 0,0065 kPa. No hay limitaciones particulares en el tiempo para llevar a cabo la destilación, pero en general está comprendido en un intervalo de 0,001 a 20 horas, con preferencia de 0,01 a 10 horas, con mayor preferencia, de 0,1 a 5 horas. Para la destilación, se puede usar un proceso como destilación a presión reducida, destilación a presión o destilación de película de estaño. Por otra parte, para mejorar la eficacia de la destilación, se puede usar una columna de destilación multietapa, una columna de destilación multietapa continua, una columna empaquetada, o similares. La instrumentación como un flujómetro y un termómetro, válvulas, medios de conexión de tuberías, una bomba, una fuente de calor, etc., se puede usar unida al aparato dentro de un alcance públicamente conocido y más aún, la recuperación térmica se puede llevar a cabo y el alcohol o similares se pueden reciclar como material de partida auxiliar.

De acuerdo con el método anterior, el componente activo se puede separar y recuperar como un dialcóxido de dialquilestaño de utilidad de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable que contiene el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo.

5 Ejemplos

Sigue una descripción detallada de la presente invención por medio de ejemplos. Sin embargo, la presente invención no está limitada a estos ejemplos.

Métodos de análisis

1) Método de análisis de RMN

10 Aparato: sistema JNM-A400 FT-RMN fabricado por JEOL Ltd.

(1) Preparación de muestra de análisis por ^1H -RMN / ^{13}C -RMN / ^{119}Sn -RMN

0,3 g del compuesto de estaño se pesó y se añadieron aproximadamente 0,7 g de cloroformo deuterado (preparado por Aldrich, al 99,8%) y 0,05 g de tetrametilestaño (preparado por Wako, Wako 1st Grade) como un estándar interno de ^{119}Sn -RMN y la solución se mezcló hasta uniformidad, obteniendo así una muestra de análisis de RMN.

15 (2) Método de análisis cuantitativo

El análisis cuantitativo se llevó a cabo en una solución de muestra de análisis en base a una curva de calibración obtenida llevando a cabo análisis en muestras de referencia de diversas sustancias de referencia.

(3) Método de cálculo para el rendimiento de alcóxido de alquilestaño

20 El rendimiento de alcóxido de alquilestaño se calculó como % en moles producido, siendo la cantidad de moles de átomos de estaño en cada alcóxido de alquilestaño obtenido en base a la cantidad de moles de átomos de estaño en el compuesto representado por la fórmula química (1) y/o (5).

2) Método de análisis para agua

Aparato: medidor de humedad en traza CA-05 fabricado por Mitsubishi Chemical Corporation

(1) Método de análisis cuantitativo

25 Se recolectaron 0,12 ml de la muestra de análisis usando una jeringa y el peso se midió y luego la muestra se inyectó como estaba en el medidor de humedad y se midió la cantidad de agua. A continuación, se volvió a medir el peso de la jeringa y, así, se calculó la cantidad de la muestra inyectada y luego se determinó el contenido de agua en la muestra.

3) Método de análisis por cromatografía gaseosa para carbonato

30 Aparato: sistema GC-2010 fabricado por Shimadzu Corporation, Japón

(1) Preparación de la solución de muestra de análisis

Se pesaron 0,2 g de la solución de reacción y se añadieron aproximadamente 1,5 g de acetona deshidratada. Luego se añadieron aproximadamente 0,04 g de tolueno o éter difenílico como estándar interno, obteniendo así una solución de muestra de análisis por cromatografía gaseosa.

35 (2) Condiciones de análisis de cromatografía gaseosa

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

Fase líquida: 100% de dimetilpolisiloxano

Longitud: 30 m

Diámetro interior: 0,25 mm

40 Espesor de la película: 1 μm

Temperatura de la columna: 50 °C (elevándose por 10 °C/min) 300 °C

Temperatura de inyección: 300 °C

Temperatura del detector: 300 °C

Método de detección: FID

(3) Método de análisis cuantitativo

5 El análisis cuantitativo se llevó a cabo en una solución de muestra de análisis en base a una curva de calibración obtenida llevando a cabo análisis en muestras de referencia de diversas sustancias de referencia.

Ejemplo 1

Etapa 1: Producción de tetraalkildialcoxidistannoxano

10 Se colocaron 672 g (2,7 mol) de dibutilóxido de estaño (preparado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1900 g (21,5 mol) de 3-metil-1-butanol (preparado por Kuraray Co., Ltd, Japón) en un recipiente de 3000 mL. El recipiente que contenía la mezcla, que era una suspensión blanca, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó en aproximadamente 145 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional y el calentamiento se llevaron a cabo durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, tras lo cual la mezcla líquida hirvió y, así, comenzó la destilación del 3-metil-1-butanol con contenido de agua. Este estado se mantuvo durante 7 horas y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y se destiló el exceso de 3-metil-1-butanol con la presión en el sistema de 74 a 35 kPa. Una vez detenido el destilado, el recipiente se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el recipiente del baño de aceite, la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de retornar la presión en el sistema a presión normal. Se obtuvieron 880 g de líquido de reacción en el recipiente. De acuerdo con el análisis de ¹¹⁹Sn-, ¹H- y ¹³C-RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano con un rendimiento del 99% en base al óxido de dibutilestaño. El mismo procedimiento se repitió doce veces, obteniendo así un total de 10350 g de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano.

30 Etapa 2: Producción de carbonato, obteniendo composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente

35 Se produjo un carbonato usando un aparato de producción continua tal como se indica en la FIG. 2. El 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano producido en la etapa 1 se suministró a 4388 g/Hr desde una línea de suministro 4 en un reactor en columna 102 de 151 mm de diámetro interior y 5040 mm de largo efectivo empaquetado con un Metal Gauze CI (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y 3-metil-1-butanol (preparado por Kuraray Co., Ltd, Japón) que se había purificado en una columna de destilación 101 se suministró a 14953 g/Hr desde una línea de suministro 2 en el reactor en columna 102. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó en 160 °C usando un calentador y un rehervidor 112 y la presión se ajustó en aproximadamente 120 kPa-G usando una válvula de regulación de presión. El tiempo de permanencia en el reactor era de aproximadamente 17 minutos. 14953 g/Hr de 3-metil-1-butanol que contiene agua se transportó de una porción superior del reactor a través de una línea de transferencia 6 y 825 g/Hr de 3-metil-1-butanol (preparado por Kuraray Co., Ltd, Japón) a través de una línea de alimentación 1, en la columna de destilación 101 que se empaquetó con un Metal Gauze CV (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un rehervidor 111 y un condensador 121, llevando a cabo la purificación por destilación. El destilado con alta concentración de agua de una porción superior de la columna de destilación 101 se condensó por medio del condensador 121 y se recuperó de una línea de recuperación 3. El 3-metil-1-butanol purificado se transportó fuera por medio de la línea de transferencia 2 desde una porción inferior de la columna de destilación 101. Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano se obtuvo desde una porción inferior del reactor en columna 102 y se suministró a un evaporador de película de estaño 103 (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una línea de transferencia 5. El 3-metil-1-butanol se evaporó usando el evaporador de película de estaño 103 y retornó al reactor en columna 102 por medio de un condensador 123, una línea de transferencia 8 y la línea de transferencia 4. La composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se transportó desde una porción inferior del evaporador de película de estaño 103 a través de una línea de transferencia 7 y se suministró a un autoclave 104, ajustando la tasa de flujo del componente activo dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano a aproximadamente 5130 g/Hr. El dióxido de carbono se suministró a 973 g/Hr en el autoclave a través de una línea de transferencia 9, manteniendo la presión en el autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se fijó en 120 °C, el tiempo de permanencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y la reacción se llevó a cabo entre el dióxido de carbono y la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño, obteniendo así un líquido de reacción con contenido de bis(3-

metilbutil)carbonato. El líquido de reacción se transfirió a un tanque de eliminación de dióxido de carbono 105 a través de una línea de transferencia 10 y una válvula de regulación y se eliminó el dióxido de carbono residual, recuperando el dióxido de carbono de una línea de transferencia 11. A continuación, el líquido de reacción se transportó a través de una línea de transferencia 12 en un evaporador de película de estaño 106 (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) fijado a aproximadamente 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, proporcionando a una velocidad de flujo con 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano ajustada a aproximadamente 4388 g/Hr y se obtuvo destilado con contenido de bis(3-metilbutil)carbonato, mientras que el residuo de evaporación se recirculó en el reactor en columna 102 a través de una línea de transferencia 13 y la línea de transferencia 4, ajustando la velocidad de flujo de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano a aproximadamente 4388 g/Hr. El destilado con contenido de bis(3-metilbutil)carbonato se suministró por medio de un condensador 126 y una línea de transferencia 14 a 959 g/Hr en una columna de destilación 107 que se empaquetó con un Metal Gauze Cl (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un rehervidor 117 y un condensador 127 y se realizó la purificación por destilación, obteniendo así el 99% en peso de bis(3-metilbutil)carbonato de una línea de recuperación 15 a 944 g/Hr. Después de analizar la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño de la línea de transferencia 13 por ^{119}Sn -, ^1H - y ^{13}C -RMN, se halló que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño contenía 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano, pero no contenía dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. La operación continua anterior se llevó a cabo durante aproximadamente 240 horas y luego la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se retiró de una línea de extracción 16 a 17 g/Hr, mientras que el 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano producido en la etapa 1 se suministró en una línea de alimentación 17 a 17 g/Hr. Después de retirar aproximadamente 120 g de líquido de la línea de extracción 16 y llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que el líquido contenía aproximadamente 60% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había tributil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamiento de RMN en un intervalo de -240 a -605 ppm para un componente desactivado originado de descomposición térmica.

25 Etapa 3: Separación y recuperación de dialcóxido de dialquilestaño a partir de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño con contenido de materia descompuesta térmicamente

100 g de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente obtenida en la etapa 2 y 171 g (0,85 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 se mezclaron juntos en un recipiente de 500 mL en una caja de guante purgada con nitrógeno y el recipiente se tapó. El recipiente que contenía la mezcla se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata) que tiene conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac) y un controlador de vacío (VC-105, fabricado por Okano Works Ltd.). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal, con lo cual el aparato de reacción se purgó con nitrógeno. La temperatura del baño de aceite se fijó en aproximadamente 150 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional se llevó a cabo durante aproximadamente 3 horas a presión normal y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y el reactivo residual se destiló con la presión en el sistema de 20 a 3 kPa. Una vez que dejó de salir el destilado, el recipiente se retiró del baño de aceite. Se obtuvieron aproximadamente 117 g de líquido de reacción.

(Separación del líquido de reacción por destilación)

A continuación, usando una jeringa estanca al gas (fabricada por Hamilton), se colocaron 110 g del líquido de reacción en un recipiente de tres bocas de 200 ml equipado con una llave de cierre de tres vías, una columna de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo en el que una columna de destilación de 45 cm de largo empaquetada con Heli-Pak No. 3 y un receptor de destilado estaban conectados y un termómetro, mientras pasaban en 0,3 L/min de gas nitrógeno por medio de la llave de cierre de tres vías. El recipiente se sumergió en un baño de aceite calentado hasta aproximadamente 185 °C. Después de llevar a cabo la agitación y el calentamiento durante aproximadamente 20 minutos, la temperatura del líquido de reacción había alcanzado aproximadamente los 177 °C. La presión en el aparato luego se redujo gradualmente y la destilación se llevó a cabo a aproximadamente 0,06 kPa. Se recuperó el destilado 1 a aproximadamente 0,5 mL/min. Después de que el destilado 1 dejó de salir, la presión en el aparato se redujo luego gradualmente a aproximadamente 0,01 kPa y la destilación se continuó, recuperando el destilado 2 a aproximadamente 0,5 mL/min. El destilado dejó de salir después de aproximadamente 2 horas y luego la presión reducida en el aparato se liberó y el calentamiento se detuvo, parando así la destilación. Las cantidades del destilado y el destilado 2 obtenidas y la materia residual en el recipiente eran, respectivamente, de 33, 56 y 20 g. El análisis de RMN se llevó a cabo en cada uno del destilado, el destilado 2 y la materia residual en el recipiente. Se halló que el destilado 1 contenía 88% en peso de tributil-(3-metilbutiloxi)-estaño y 12% en peso de bis(3-metilbutil)carbonato, se halló que el destilado 2 contenía 98% de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)-estaño y se halló que la materia residual en el recipiente contenía aproximadamente 1% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 2

(Producción de carbonato, obteniendo composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

5 Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 1. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había tributil(3-metilbutiloxi)estaño y una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición se vio en un intervalo de -240 a -605 ppm.

10 (Separación y recuperación de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente se suministraron a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 180 °C y una presión de aproximadamente 0,06 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de tributil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 386 g de un componente de alto punto de ebullición y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. El componente de alto punto de ebullición se mezcló con 855 g (4,23 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 del Ejemplo 1 y la reacción se llevó a cabo durante 4 horas a 140 °C. A continuación, el líquido de reacción se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y el carbonato residual se separó a una temperatura de aproximadamente 140 °C y una presión de aproximadamente 0,5 kPa y se recuperaron aproximadamente 462 g de un componente de alto punto de ebullición. A continuación, usando una jeringa estanca al gas (fabricada por Hamilton), se colocaron 400 g del componente de alto punto de ebullición en un recipiente de tres bocas de 500 mL equipado con una llave de cierre de tres vías, un condensador, un receptor de destilado y un termómetro, mientras pasaban en 0,3 L/min de gas nitrógeno por medio de la llave de cierre de tres vías. El recipiente se sumergió en un baño de aceite calentado hasta aproximadamente 175 °C. La presión en el aparato se redujo gradualmente y la destilación se llevó a cabo a aproximadamente 0,01 kPa. Se obtuvieron 376 g de un componente de bajo punto de ebullición, que contenía el 98% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño de acuerdo con los resultados del análisis ^{119}Sn -RMN. La materia residual en el recipiente contenía aproximadamente 1% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 3

35 (Producción de carbonato, obteniendo composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

40 Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 1. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había tributil(3-metilbutiloxi)estaño y una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición se vio en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Separación y recuperación de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

45 Se suministraron 500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 180 °C y una presión de aproximadamente 0,06 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 99% en peso de tributil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 386 g de un componente de alto punto de ebullición y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. El componente de alto punto de ebullición se mezcló con 855 g (4,23 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 del Ejemplo 1 en un recipiente bajo una atmósfera de nitrógeno y la reacción se llevó a cabo durante 4 horas a 140 °C y presión normal. A continuación, el líquido de reacción se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y el carbonato residual se separó a una temperatura de aproximadamente 140 °C y una presión de aproximadamente 0,5 kPa,

recuperando un componente de alto punto de ebullición. El componente de alto punto de ebullición se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 190 °C y una presión de aproximadamente 0,01 kPa, tras lo cual se obtuvieron 374 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. Por otro lado, para el componente de alto punto de ebullición, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 4

(Producción de carbonato, obteniendo composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 1. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había tributil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Separación y recuperación de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

Usando una jeringa estanca al gas (fabricada por Hamilton), se colocaron 500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente en un recipiente de tres bocas de 500 mL equipado con una llave de cierre de tres vías, un condensador, un receptor de destilado y un termómetro, mientras pasaban en 0,3 L/min de gas nitrógeno por medio de la llave de cierre de tres vías. El recipiente se sumergió en un baño de aceite calentado hasta aproximadamente 185 °C. La presión en el aparato luego se redujo gradualmente y la destilación se llevó a cabo a aproximadamente 0,06 kPa. Se obtuvieron 116 g de un componente de bajo punto de ebullición, que contenía el 99% en peso de tributil-(3-metilbutiloxi)estaño de acuerdo con los resultados del análisis ^{119}Sn -RMN. La cantidad de materia residual en el recipiente era de 385 g, con aproximadamente 77% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y que también exhibía una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm de acuerdo con los resultados del análisis ^{119}Sn -RMN. La materia residual en el recipiente se mezcló con 855 g (4,23 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 del Ejemplo 1 y la reacción se llevó a cabo durante 4 horas a 140 °C. A continuación, el líquido de reacción se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y el carbonato residual se separó a una temperatura de aproximadamente 140 °C y una presión de aproximadamente 0,4 kPa, recuperando un componente de alto punto de ebullición. El componente de alto punto de ebullición se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 190 °C y una presión de aproximadamente 0,01 kPa, tras lo cual se obtuvieron 374 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. Por otro lado, para el componente de alto punto de ebullición, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 5

Etapas 1: Producción de tetraalquildialcoxidistannoxano

672 g (2,7 mol) de dibutilóxido de estaño (preparado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1700 g (16,7 mol) de 2-etil-1-butanol (preparado por Chisso Corporation, Japón) se colocaron en un recipiente de 3000 mL. El recipiente que contenía la mezcla, que era una suspensión blanca, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-105, fabricado por Okano Works Ltd., Japón). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó en aproximadamente 157 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional y el calentamiento se llevaron a cabo durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y luego con la presión en el sistema de 80 a 65 kPa, se continuó la reacción durante aproximadamente 5 horas mientras se destilaba 2-etil-1-butanol que contenía agua. A continuación, la presión en el sistema luego se redujo y la destilación se continuó y luego una vez que el destilado dejó de salir, el recipiente se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el recipiente del baño de aceite, la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de retornar la presión en el

sistema a presión normal. 928 g de líquido de reacción se obtuvo en el recipiente. De acuerdo con los resultados del análisis de ^{119}Sn -, ^1H - y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano se un rendimiento del 99% en base al óxido de dibutilestaño. El mismo procedimiento se repitió doce veces, obteniendo así un total de 11200 g de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano.

- 5 Etapa 2: Producción de carbonato, obteniendo composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente

Se produjo un carbonato usando un aparato de producción continua tal como se indica en la FIG. 2. El 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano producido en la etapa 1 se suministró a 4566 g/Hr desde una línea de suministro 4 en un reactor en columna 102 de 151 mm de diámetro interior y 5040 mm de una longitud efectiva empacotado con un Metal Gauze CI (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y 2-etil-1-butanol (preparado por Chisso Corporation, Japón) que se había purificado en la columna de destilación 101 se suministró a 12260 g/Hr desde una línea de suministro 2 en el reactor en columna 102. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C usando un calentador y un rehedidor 112 y la presión se ajustó en aproximadamente 32 kPa-G usando una válvula de regulación de presión. El tiempo de permanencia en el reactor era de aproximadamente 17 minutos. 12260 g/Hr de 2-etil-1-butanol que contenía agua se transportó de una porción superior del reactor a través de una línea de transferencia 6 y 958 g/Hr de 2-etil-1-butanol (preparado por Chisso Corporation, Japón) se transportaron a través de una línea de alimentación 1, en la columna de destilación 101 que se empacotó con un Metal Gauze CV (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un rehedidor 111 y un condensador 121, llevando a cabo la purificación a cabo por destilación. El destilado que contenía alta concentración de agua de una porción superior de la columna de destilación 101 se condensó por medio del condensador 121 y se recuperó de una línea de recuperación 3. El 2-etil-1-butanol purificado se transportó fuera por medio de la línea de transferencia 2 desde una porción inferior de la columna de destilación 101. Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía dibutil-bis(2-etilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano se obtuvo desde una porción inferior del reactor en columna 102 y se suministró a un evaporador de película de estaño 103 (preparado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una línea de transferencia 5. El 2-etil-1-butanol se evaporó usando el evaporador de película de estaño 103 y retornó al reactor en columna 102 por medio de un condensador 123, una línea de transferencia 8 y la línea de transferencia 4. La composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se transportó desde una porción inferior del evaporador de película de estaño 103 a través de una línea de transferencia 7 y se suministró a un autoclave 104, ajustando la tasa de flujo del componente activo dibutil-bis(2-etilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano a aproximadamente 5442 g/Hr. El dióxido de carbono se suministró a 973 g/Hr en el autoclave por medio de una línea de transferencia 9, manteniendo la presión en el autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se fijó en 120 °C, el tiempo de permanencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y la reacción se llevó a cabo entre el dióxido de carbono y la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño, obteniendo así un líquido de reacción con contenido de bis(2-etilbutil)carbonato. El líquido de reacción se transfirió a un tanque de eliminación de dióxido de carbono 105 a través de una línea de transferencia 10 y una válvula de regulación y se eliminó el dióxido de carbono residual, recuperando el dióxido de carbono de una línea de transferencia 11. A continuación, el líquido de reacción se transportó a través de una línea de transferencia 12 en un evaporador de película de estaño 106 (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) fijado a 140 °C y aproximadamente 1,3 kPa, proporcionando una tasa de flujo de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano ajustada a aproximadamente 4566 g/Hr y se obtuvo destilado que contenía bis(2-etilbutil)carbonato, mientras que el residuo de evaporación se recirculó en el reactor en columna 102 a través de una línea de transferencia 13 y la línea de transferencia 4, ajustando la tasa de flujo de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano a aproximadamente 4566 g/Hr. El destilado que contenía bis(2-etilbutil)carbonato se suministró por medio de un condensador 126 y una línea de transferencia 14 a 1090 g/Hr en una columna de destilación 107 que se empacotó con un Metal Gauze CV (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un rehedidor 117 y un condensador 127 y se realizó la purificación por destilación, mientras que el 99% en peso bis(2-etilbutil)carbonato se obtuvo de una línea de recuperación a 1075 g/Hr. Después de analizar la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño de la línea de transferencia 13 por ^{119}Sn -, ^1H - y ^{13}C -RMN, se halló que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño contenía 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano, pero no contenía dibutil-bis(2-etilbutiloxi)estaño. La operación continua anterior se llevó a cabo durante aproximadamente 160 horas y luego la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se retiró de una línea de extracción 16 a 23 g/Hr, mientras que el 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano producido en la etapa 1 se suministró a una línea de alimentación 17 a 23 g/Hr. Después de retirar aproximadamente 120 g de líquido de la línea de extracción 16 y llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que el líquido contenía aproximadamente 60% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano y además, había tributil(2-etilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Etapa 3: Separación y recuperación de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente

- 60 100 g de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente obtenida en la etapa 2 y 202 g (0,88 mol) del bis(2-etilbutil)carbonato producido en la etapa 2 se mezclaron juntos en un recipiente de 500 mL en una caja de guante purgada con nitrógeno y el recipiente se tapó. El recipiente que

5 contenía la mezcla se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac) y un controlador de vacío (VC-105, fabricado por Okano Works Ltd.). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal, con lo cual el aparato de reacción se purgó con nitrógeno. La temperatura del baño de aceite se fijó en 150 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional se llevó a cabo durante lo aproximadamente 3 horas a presión normal y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y el reactivo residual se destiló con la presión en el sistema de 20 a 0,3 kPa. Una vez detenido el destilado, el recipiente se retiró del baño de aceite. Se obtuvieron aproximadamente 119 g de líquido de reacción.

(Separación de líquido de reacción por destilación)

15 A continuación, usando una jeringa estanca al gas (fabricada por Hamilton), se colocaron 115 g del líquido de reacción en un recipiente de tres bocas de 200 ml equipado con una llave de cierre de tres vías, una columna de fraccionamiento equipada con condensador de reflujo en la que una columna de destilación de 45 cm de largo empaquetada con Heli-Pak No. 3 y un receptor de destilado estaban conectados y un termómetro, mientras pasaban en 0,3 L/min de gas nitrógeno por medio de la llave de cierre de tres vías. El recipiente se sumergió en un baño de aceite calentado hasta aproximadamente 195 °C. La agitación y el calentamiento se llevaron a cabo durante aproximadamente 20 minutos y luego la presión en el aparato se redujo gradualmente y la destilación se llevó a cabo a aproximadamente 0,06 kPa. Se recuperó el destilado 1 a aproximadamente 0,5 mL/min. Después de que el destilado 1 dejó de salir, la presión en el aparato se redujo luego gradualmente a aproximadamente 0,01 kPa y la destilación se continuó, recuperando el destilado 2 a aproximadamente 0,5 mL/min. El destilado dejó de salir después de aproximadamente 2 horas y luego la presión reducida en el aparato se liberó y el calentamiento se detuvo, parando así la destilación. Las cantidades del destilado y el destilado 2 obtenidas y la materia residual en el recipiente eran, respectivamente, de 35, 56 y 21 g. El análisis de RMN se llevó a cabo en cada uno del destilado, el destilado 2 y la materia residual en el recipiente. Se halló que el destilado 1 contenía 87% en peso de tributil-(2-etilbutiloxi)-estaño y 13% en peso de bis(2-etilbutil)carbonato, se halló que el destilado 2 contenía 97% de dibutil-bis(2-etilbutiloxi)-estaño y se halló que la materia residual en el recipiente contenía aproximadamente 1% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 6

(Obtención de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene la materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

35 Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 5. Los resultados del análisis de ¹¹⁹Sn-RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había tributil(2-etilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

45 100 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente y 1795 g (17,6 mol) de 2-etil-1-butanol (preparado por Chisso Corporation, Japón) se mezclaron juntos en un recipiente de 3000 mL en una caja de guante purgada con nitrógeno y el recipiente se tapó. El recipiente que contenía la mezcla se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac) y un controlador de vacío (VC-105, fabricado por Okano Works Ltd.). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal, con lo cual el aparato de reacción se purgó con nitrógeno. La temperatura del baño de aceite se fijó en 160 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional se llevó a cabo durante aproximadamente 3 horas a presión normal y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y el reactivo residual se destiló con la presión en el sistema de 20 a 0,3 kPa. Una vez detenido el destilado, el recipiente se retiró del baño de aceite. Se obtuvieron aproximadamente 118 g de líquido de reacción.

(Separación del dialcóxido de dialquilestaño por destilación)

A continuación, usando una jeringa estanca al gas (fabricada por Hamilton), se colocaron 113 g del líquido de reacción en un recipiente de tres bocas de 200 ml equipado con una llave de cierre de tres vías, una columna de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo en el que una columna de destilación de 45 cm de largo empacada con Heli-Pak No. 3 y un receptor de destilado estaban conectados y un termómetro, mientras pasaban en 0,3 L/min de gas nitrógeno por medio de la llave de cierre de tres vías. El recipiente se sumergió en un baño de aceite calentado hasta aproximadamente 195 °C. La agitación y el calentamiento se llevaron a cabo durante aproximadamente 20 minutos y luego la presión en el aparato se redujo gradualmente y la destilación se llevó a cabo a aproximadamente 0,06 kPa. El destilado 1 se recuperó a aproximadamente 0,5 mL/min. Después de que el destilado 1 dejó de salir, la presión en el aparato se redujo luego gradualmente a aproximadamente 0,01 kPa y la destilación se continuó, recuperando el destilado 2 a aproximadamente 0,5 mL/min. El destilado dejó de salir después de aproximadamente 2 horas y luego la presión reducida en el aparato se liberó y el calentamiento se detuvo, parando así la destilación. Las cantidades del destilado y el destilado 2 obtenidas y la materia residual en el recipiente eran, respectivamente, de 34, 55 y 21 g. El análisis de RMN se llevó a cabo en cada uno del destilado 1, el destilado 2 y la materia residual en el recipiente. Se halló que el destilado 1 contenía 96% en peso de tributil-(2-etilbutiloxi)-estaño y 4% en peso de 2-etil-1-butanol, se halló que el destilado 2 contenía 97% de dibutil-bis(2-etilbutiloxi)-estaño y se halló que la materia residual en el recipiente contenía aproximadamente 4% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm.

20 Ejemplo 7

Etapa 1: Producción de tetraalquildialcoxidistannoxano

692 g (2,78 mol) de dibutilóxido de estaño (preparado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2000 g (27 mol) de 1-butanol (preparado por Wako, Japón) se colocaron en un recipiente de 3000 mL. El recipiente que contenía la mezcla, que era una suspensión blanca, estaba unido a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-105, fabricado por Okano Works Ltd., Japón). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema, y, así, retornar el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó en 126 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional y el calentamiento se llevaron a cabo durante aproximadamente 30 minutos a presión normal, tras lo cual la mezcla líquida hirvió y, así, comenzó la destilación del componente de bajo punto de ebullición. Este estado se mantuvo durante 8 horas y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y el componente residual de bajo punto de ebullición se destiló con la presión en el sistema de 76 a 54 kPa. Una vez que componente de bajo punto de ebullición dejó de salir, el recipiente se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el recipiente del baño de aceite, la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de retornar la presión en el sistema a presión normal. Se obtuvieron 952 g de líquido de reacción en el recipiente. De acuerdo con los resultados del análisis de ¹¹⁹Sn-, ¹H- y ¹³C-RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano con un rendimiento del 99% en base al óxido de dibutilestaño. El mismo procedimiento se repitió doce veces, obteniendo así un total de 11500 g de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano.

Etapa 2: Producción de carbonato, obteniendo composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente

Se produjo un carbonato usando un aparato de producción continua tal como se indica en la FIG. 2. El 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano producido en la etapa 1 se suministró a 4201 g/Hr desde una línea de suministro 4 en un reactor en columna 102 de 151 mm de diámetro interior y 5040 mm de largo efectivo empacado con un Mellapak 750Y (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y 1-butanol (preparado por Wako, Japón) que se había purificado en una columna de destilación 101 se suministró a 24717 g/Hr desde una línea de suministro 2 en el reactor en columna 102. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó en 160 °C usando un calentador y un rehervidor 112 y la presión se ajustó en aproximadamente 250 kPa-G usando una válvula de regulación de presión. El tiempo de permanencia en el reactor era de aproximadamente 10 minutos. Se transportaron 24715 g/Hr de 1-butanol que contenía agua de una porción superior del reactor a través de una línea de transferencia 6 y 824 g/Hr de 1-butanol (preparado por Wako, Japón) a través de una línea de suministro 1, en la columna de destilación 101 que estaba empacada con un Metal Gauze CI (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un rehervidor 111 y un condensador 121, llevando a cabo la purificación por destilación. El destilado con alta concentración de agua de una porción superior de la columna de destilación 101 se condensó por el condensador 121 y se recuperó de una línea de recuperación 3. El 1-butanol purificado se transportó fuera por

medio de la línea de transferencia 2 desde una porción inferior de la columna de destilación 101. Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía dibutóxido de dibutilestaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano se obtuvo de una porción inferior del reactor en columna 102 y se suministró a un evaporador de película de estaño 103 (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una línea de transferencia 5. El 1-Butanol se evaporó usando el evaporador de película de estaño 103 y retornó al reactor en columna 102 por medio de un condensador 123, una línea de transferencia 8 y la línea de transferencia 4. La composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se transportó desde una porción inferior del evaporador de película de estaño 103 a través de una línea de transferencia 7 y se suministró a un autoclave 104, ajustando la tasa de flujo del componente activo dibutóxido de dibutilestaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano a aproximadamente 4812 g/Hr. El dióxido de carbono se suministró a 973 g/Hr en el autoclave a través de una línea de suministro 9, manteniendo la presión en el autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se fijó en 120 °C, el tiempo de permanencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y la reacción se llevó a cabo entre el dióxido de carbono y la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño, obteniendo así un líquido de reacción con contenido de carbonato de dibutilo. El líquido de reacción se transfirió a un tanque de eliminación de dióxido de carbono 105 a través de una línea de transferencia 10 y una válvula de regulación y se eliminó el dióxido de carbono residual, recuperando el dióxido de carbono de una línea de transferencia 11. A continuación, el líquido de reacción se transportó a través de una línea de transferencia 12 en un evaporador de película de estaño 106 (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) fijado a 140 °C y aproximadamente 1,4 kPa, proporcionando la tasa de flujo de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano ajustada a aproximadamente 4201 g/Hr y se obtuvo destilado con contenido de carbonato de dibutilo, mientras que el residuo de evaporación se recirculó en el reactor en columna 102 a través de una línea de transferencia 13 y la línea de transferencia, 4, ajustando la tasa de flujo de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano a aproximadamente 4201 g/Hr. El destilado que contenía carbonato de dibutilo se suministró por medio de un condensador 126 y una línea de transferencia 14 a 830 g/Hr en una columna de destilación 107 que se empaquetó con un Metal Gauze Cl (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un rehervidor 117 y un condensador 127 y se realizó la purificación por destilación, obteniendo el 99% en peso carbonato de dibutilo de una línea de recuperación 15 a 814 g/Hr. Después de analizar la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño de la línea de transferencia 13 por ^{119}Sn -, ^1H - y ^{13}C -RMN, se halló que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño contenía 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano, pero no contenía dibutóxido de dibutilestaño. La operación continua anterior se llevó a cabo durante aproximadamente 600 horas y luego la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se retiró de una línea de extracción 16 a 16 g/Hr, mientras que se suministró 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano producido en la etapa 1 en una línea de alimentación 17 a 16 g/Hr. Después de retirar aproximadamente 120 g de líquido de la línea de extracción 16 y llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que el líquido contenía aproximadamente 60% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano y además de esto, había butóxido de tributilestaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Etapa 3: Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia térmicamente descompuesta

100 g de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente obtenida en la etapa 2 y 233 g (1,34 mol) del carbonato de dibutilo producido en la etapa 2 se mezclaron en un recipiente de 500 mL en una caja de guante purgada con nitrógeno y el recipiente se tapó. El recipiente que contenía la mezcla se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac) y un controlador de vacío (VC-105, fabricado por Okano Works Ltd.). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal, con lo cual el aparato de reacción se purgó con nitrógeno. La temperatura del baño de aceite se fijó en aproximadamente 150 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional se llevó a cabo durante aproximadamente 3 horas a presión normal y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y el reactivo residual se destiló con la presión en el sistema de 20 a 3 kPa. Una vez que el destilado dejó de salir, el recipiente se retiró del baño de aceite. Se obtuvieron aproximadamente 117 g de líquido de reacción.

(Separación de líquido de reacción por destilación)

A continuación, usando una jeringa estanca al gas (fabricada por Hamilton), se colocaron 110 g del líquido de reacción en un recipiente de tres bocas de 200 ml equipado con una llave de cierre de tres vías, una columna de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo en el que una columna de destilación de 45 cm de largo empaquetada con Heli-Pak No. 3 y un receptor de destilado estaban conectados y un termómetro, mientras pasaban en 0,3 L/min de gas nitrógeno por medio de la llave de cierre de tres vías. El recipiente se sumergió en un baño de aceite calentado hasta aproximadamente 175 °C. Después de llevar a cabo la agitación y el calentamiento durante aproximadamente 20 minutos, la temperatura del líquido de reacción había alcanzado aproximadamente 167 °C. La presión en el aparato luego se redujo gradualmente y la destilación se llevó a cabo a aproximadamente

0,2 kPa. Se recuperó el destilado 1 a aproximadamente 0,5 mL/min. Después de que el destilado 1 dejó de salir, la presión en el aparato se redujo luego gradualmente a aproximadamente 0,03 kPa y la destilación se continuó, recuperando el destilado 2 a aproximadamente 0,5 mL/min. El destilado dejó de salir después de aproximadamente 2 horas y luego la presión reducida en el aparato se liberó y el calentamiento se detuvo, parando así la destilación. Las cantidades del destilado 1 y el destilado 2 obtenidas y la materia residual en el recipiente eran, respectivamente, de 33, 56 y 20 g. El análisis de RMN se llevó a cabo en cada uno del destilado, el destilado 2 y la materia residual en el recipiente. Se halló que el destilado 1 contenía 90% en peso de butóxido de tributilestaño y 10% en peso de carbonato de dibutilo y como destilado 2 se obtuvo 98% de dibutóxido de dibutillestaño. Se halló que la materia residual en el recipiente contenía aproximadamente 1% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-distannoxano con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 8

(Obtención de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 1. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había tributil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

500 g de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño anterior que contenía materia descompuesta térmicamente se suministró a aproximadamente 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 190 °C y una presión de aproximadamente 0,06 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de tributil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 385 g de un componente de alto punto de ebullición y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. Se mezclaron 64 g del componente de alto punto de ebullición con 1342 g de 3-metil-1-butanol (preparado por Kuraray Co., Ltd, Japón) y la mezcla líquida se sometió a reacción a 140 °C en un reactor de columna 201 tal como se indica en la FIG. 3. Heli-pak No. 3 (preparado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón) en un reactor tubular SUS316 de 15 mm de diámetro interior y una longitud total de 1635 mm (una longitud efectiva 1450 mm) que tiene una línea de suministro 21 y una línea de recuperación del componente de bajo punto de ebullición 24 unida a una porción superior 221 del reactor y una línea de suministro 22 y una línea de recuperación 23 unida a una porción inferior 211 del reactor y el reactor tubular se calentó usando un calentador fijado a 150 °C. La mezcla líquida se suministró en a 30 g/Hr a través de la línea de suministro 21 usando una bomba de alimentación de líquidos y gas dióxido de carbono se suministró en a 80 ml/min desde la línea de suministro 22. El tiempo de permanencia en el reactor era de aproximadamente 25 minutos. Un componente de bajo punto de ebullición con contenido de agua y 3-metil-1-butanol se retiró de la línea de recuperación del componente de bajo punto de ebullición 24 en una forma gaseosa y un componente de alto punto de ebullición comenzó a fluir fuera de la línea de recuperación 23. La operación se continuó en este estado con alimentación de líquido continua y retiro continuo, recuperando aproximadamente 870 g del componente de alto punto de ebullición. A continuación, el componente de alto punto de ebullición se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y se separó el 3-metil-1-butanol residual a una temperatura de aproximadamente 130 °C y una presión de aproximadamente 2 kPa y aproximadamente 78 g de líquido se recuperó como un componente de alto punto de ebullición. El líquido se suministró a 100 g/Hr en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 5 200 °C y una presión de aproximadamente 0,01 kPa, obteniendo 63 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. Por otro lado, para el componente de alto punto de ebullición, una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición se vio en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 9

Etapas 1: Producción de tetraalquildialcoxidistannoxano

700 g (1,94 mol) de dioctilóxido de estaño (preparado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1700 g (19,3 mol) de 3-metil-1-butanol (preparado por Kuraray Co., Ltd, Japón) se colocaron en un recipiente de 3000 mL. El recipiente que contenía la mezcla, que era una suspensión blanca, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24,

fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-105, fabricado por Okano Works Ltd., Japón). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó en 143 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional y el calentamiento se llevaron a cabo durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, tras lo cual la mezcla líquida hirvió y, así, comenzó la destilación del componente de bajo punto de ebullición. Este estado se mantuvo durante 7 horas y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y el componente residual de bajo punto de ebullición se destiló con la presión en el sistema de 76 a 32 kPa. Una vez que el componente de bajo punto de ebullición dejó de salir, el recipiente se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el recipiente del baño de aceite, la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de retornar la presión en el sistema a presión normal. Se obtuvieron 864 g de líquido de reacción en el recipiente. De acuerdo con los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H - y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano con un rendimiento del 99% en base al óxido de dioctilestaño. El mismo procedimiento se repitió doce veces, obteniendo así un total de 10350 g de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano.

Etapa 2: Producción de carbonato, obteniendo la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia térmicamente descompuesta

Se produjo un carbonato usando un aparato de producción continua tal como se indica en la FIG. 2. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano producido en la etapa 1 se suministró a 5887 g/Hr desde una línea de suministro 4 en un reactor en columna 102 de 151 mm de diámetro interior y 5040 mm de largo efectivo empaquetado con un Metal Gauze Cl (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y 3-metil-1-butanol (preparado por Kuraray Co., Ltd, Japón) que se había purificado en una columna de destilación 101 se suministró a 14953 g/Hr desde una línea de suministro 2 en el reactor en columna 102. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó en 160 °C usando un calentador y un rehervidor 112 y la presión se ajustó en aproximadamente 120 kPa-G usando una válvula de regulación de presión. El tiempo de permanencia en el reactor era de aproximadamente 17 minutos. 14950 g/Hr de 3-metil-1-butanol que contenía agua se transportó de una porción superior del reactor a través de una línea de transferencia 6 y 824 g/Hr de 3-metil-1-butanol (preparado por Kuraray Co., Ltd, Japón) a través de una línea de alimentación 1, en la columna de destilación 101 que estaba empaquetada con un Metal Gauze Cl (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un rehervidor 111 y un condensador 121, llevando a cabo la purificación por destilación. El destilado con alta concentración de agua de una porción superior de la columna de destilación 101 se condensó por medio del condensador 121 y se recuperó de una línea de recuperación 3. El 3-metil-1-butanol purificado se transportó fuera por medio de la línea de transferencia 2 desde una porción inferior de la columna de destilación 101. Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano se obtuvo desde una porción inferior del reactor en columna 102 y se suministró a un evaporador de película de estaño 103 (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una línea de transferencia 5. 3-Metil-1-butanol se evaporó usando un evaporador de película de estaño 103 y retornó al reactor en columna 102 a través de un condensador 123, una línea de transferencia 8 y la línea de transferencia 4. La composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se transportó desde una porción inferior del evaporador de película de estaño 103 a través de una línea de transferencia 7 y se suministró a un autoclave 104, ajustando la tasa de flujo del componente activo dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano a aproximadamente 6627 g/Hr. El dióxido de carbono se suministró a 973 g/Hr en el autoclave a través de una línea de transferencia 9, manteniendo la presión en el autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se fijó en 120 °C, el tiempo de permanencia se ajustó en aproximadamente 4 horas y la reacción se llevó a cabo entre el dióxido de carbono y la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño, obteniendo así un líquido de reacción con contenido de bis(3-metilbutil)carbonato. El líquido de reacción se transfirió a un tanque de eliminación de dióxido de carbono 105 a través de una línea de transferencia y una válvula de regulación y se eliminó el dióxido de carbono residual, recuperando el dióxido de carbono de una línea de transferencia 11. A continuación, el líquido de reacción se transportó a través de una línea de transferencia 12 en un evaporador de película de estaño 106 (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) fijado a una temperatura de aproximadamente 150 °C y una presión de aproximadamente 0,5 kPa, proporcionando una tasa de flujo de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano ajustada a aproximadamente 5887 g/Hr y se obtuvo destilado con contenido de bis(3-metilbutil)carbonato, mientras que el residuo de evaporación se recirculó en el reactor en columna 102 a través de una línea de transferencia 13 y la línea de transferencia 4, ajustando la tasa de flujo de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano a aproximadamente 5887 g/Hr. El destilado con contenido de bis(3-metilbutil)carbonato se suministró por medio de un condensador 126 y una línea de transferencia 14 a 957 g/Hr en una columna de destilación 107 que se empaquetó con un Metal Gauze Cl (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un rehervidor 117 y un condensador 127 y se realizó la purificación por destilación, obteniendo el 99% en peso bis(3-metilbutil)carbonato de una línea de recuperación 15 a 944 g/Hr. Después de analizar la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño de la línea de transferencia 13 por ^{119}Sn -, ^1H - y ^{13}C -RMN, se halló que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano, pero no

5 contenía dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. La operación continua anterior se llevó a cabo durante aproximadamente 240 horas y luego la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se retiró de una línea de extracción 16 a 23 g/Hr, mientras que se suministró 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano producido en la etapa 1 en una línea de alimentación 17 a 23 g/Hr. Después de retirar aproximadamente 120 g de líquido de la línea de extracción 16 y llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que el líquido contenía aproximadamente 60% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había trioctil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

10 Etapa 3: Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente

15 500 g de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente obtenida en la etapa 2 se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 230 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 99% en peso de trioctil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 391 g de un componente de alto punto de ebullición se obtuvo y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de materia térmicamente descompuesta también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. El componente de alto punto de ebullición se mezcló con 838 g (4,15 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 en un recipiente bajo una atmósfera de nitrógeno y la reacción se llevó a cabo durante 5 horas a 140 °C y presión normal. A continuación, el líquido de reacción se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y el carbonato residual se separó a una temperatura de aproximadamente 150 °C y una presión de aproximadamente 0,5 kPa y aproximadamente 450 g de líquido se obtuvo como un componente de alto punto de ebullición. El componente de alto punto de ebullición se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 240 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa, obteniendo 359 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía el 97% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. Por otro lado, para el componente de alto punto de ebullición, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

30 Ejemplo 10

(Obtención de composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

35 Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 9. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había trioctil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

40 (Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

45 500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 230 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 99% en peso de trioctil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 390 g de un componente de alto punto de ebullición se obtuvo y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. El componente de alto punto de ebullición se mezcló con 1400 g (6,93 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 en un recipiente bajo una atmósfera de nitrógeno y la reacción se llevó a cabo durante 25 horas a 120 °C y presión normal. A continuación, el líquido de reacción se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y el carbonato residual se separó a una temperatura de aproximadamente 140 °C y una presión de aproximadamente 0,5 kPa y aproximadamente 450 g de líquido se obtuvo como un componente de alto punto de ebullición. El líquido se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 240 °C y una presión de aproximadamente 0,01 kPa, obteniendo 360 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía el 96% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. Por otro lado, para el componente de alto punto de ebullición, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 11

(Obtención de composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

5 Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 9. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había trioctil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

10 (Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

15 500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 230 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de trioctil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 391 g de un componente de alto punto de ebullición y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. El componente de alto punto de ebullición se mezcló con 838 g del bis(3-metilbutiloxi)carbonato producido en la etapa 2 del Ejemplo 10 en un recipiente bajo una atmósfera de nitrógeno y la mezcla líquida se sometió a reacción a 140 °C en un reactor en columna 201 tal como se indica en la FIG. 3. Heli-pak No. 3 (preparado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón) se empaquetó en un reactor tubular SUS316 de 15 mm de diámetro interior y una longitud total de 1635 mm (una longitud efectiva 1450 mm) que tiene una línea de suministro 21 y una línea de recuperación del componente de bajo punto de ebullición 24 unida a una porción superior 221 del reactor y una línea de suministro 22 y una línea de recuperación 23 unida a una porción inferior 211 del reactor y el reactor tubular se calentó usando un calentador fijado a 150 °C. La mezcla líquida se suministró en 30 g/Hr a través de la línea de suministro 21 usando una bomba de alimentación de líquidos y gas nitrógeno se suministró en aproximadamente 60 ml/min de la línea de suministro 22. El tiempo de permanencia en el reactor era de aproximadamente 25 minutos. Un componente de bajo punto de ebullición que contenía dióxido de carbono se retiró de la línea de recuperación del componente de bajo punto de ebullición 24 en una forma gaseosa y un componente de alto punto de ebullición comenzó a fluir fuera de la línea de recuperación 23. La operación se continuó en este estado con alimentación de líquido continua y retiro continuo, recuperando aproximadamente 1200 g del componente de alto punto de ebullición. A continuación, el componente de alto punto de ebullición se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y se separó carbonato residual a una temperatura de aproximadamente 140 °C y una presión de aproximadamente 0,4 kPa y se obtuvieron aproximadamente 450 g de líquido como el componente de alto punto de ebullición. El líquido se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 240 °C y una presión de aproximadamente 0,01 kPa, obteniendo 359 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía el 96% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. Por otro lado, para el componente de alto punto de ebullición, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 12

45 (Obtención de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

55 Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 9. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había trioctil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

55 500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 230 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 98%

en peso de trioctil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 391 g de un componente de alto punto de ebullición se obtuvo y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. El componente de alto punto de ebullición se mezcló con 420 g (2,08 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 del Ejemplo 10 en un recipiente bajo una atmósfera de nitrógeno y la reacción se llevó a cabo durante 10 horas a 140 °C. A continuación, el líquido de reacción se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y el carbonato residual se separó a una temperatura de aproximadamente 140 °C y una presión de aproximadamente 0,5 kPa y aproximadamente 450 g de líquido se obtuvo como un componente de alto punto de ebullición. El líquido se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 240 °C y una presión de aproximadamente 0,01 kPa, obteniendo 359 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía el 97% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. Por otro lado, para el componente de alto punto de ebullición, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 13

(Obtención de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 9. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había trioctil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 230 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de trioctil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 391 g de un componente de alto punto de ebullición y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. El componente de alto punto de ebullición se mezcló con 420 g (2,08 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 del Ejemplo 10 en un recipiente bajo una atmósfera de nitrógeno y la reacción se llevó a cabo durante 3 horas a 160 °C y presión normal. A continuación, el líquido de reacción se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y el carbonato residual se separó a una temperatura de aproximadamente 140 °C y una presión de aproximadamente 0,5 kPa y se obtuvieron aproximadamente 450 g de líquido como un componente de alto punto de ebullición. El líquido se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 240 °C y una presión de aproximadamente 0,01 kPa, obteniendo herebi 361 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía el 96% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. Por otro lado, para el componente de alto punto de ebullición, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 14

(Obtención de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 9. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había trioctil(3-metilbutiloxi)estaño y una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición se vio en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, preparado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 230 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de trioctil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 391 g de un componente de alto punto de ebullición y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de materia descompuesta térmicamente también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. El componente de alto punto de ebullición se mezcló con 420 g (2,08 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 del Ejemplo 10 como un reactivo y la reacción se llevó a cabo durante 6 horas a 140 °C. A continuación, el líquido de reacción se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular y el carbonato residual se separó a una temperatura de aproximadamente 140 °C y una presión de aproximadamente 0,5 kPa y se obtuvieron aproximadamente 450 g de líquido como un componente de alto punto de ebullición.

(Separación de dialcóxido de dialquilestaño por destilación) A continuación, usando una jeringa estanca al gas (fabricada por Hamilton), se colocaron 400 g de líquido en un recipiente de tres bocas de 500 mL equipado con una llave de cierre de tres vías, un condensador, un receptor de destilado y un termómetro, mientras pasaban en 0,3 L/min de gas nitrógeno por medio de la llave de cierre de tres vías. El recipiente se sumergió en un baño de aceite calentado hasta aproximadamente 240 °C. La presión en el aparato se redujo gradualmente y la destilación se llevó a cabo a aproximadamente 0,02 kPa. Se obtuvieron 344 g de un componente de bajo punto de ebullición, que contenía el 96% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño de acuerdo con los resultados del análisis ^{119}Sn -RMN. La materia residual en el recipiente obtenido contenía aproximadamente el 1% en peso de compuestos de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y estaño que exhibían una pluralidad de desplazamientos químicos en un intervalo de -240 a -605 ppm originados del componente desactivado de alto punto de ebullición.

Ejemplo 15

Etapa 1: Producción de tetraalquildialcoxidistannoxano

700 g (1,94 mol) de dioctilóxido de estaño (preparado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1600 g (15,7 mol) de 2-etil-1-butanol (preparado por Chisso Corporation, Japón) se colocaron en un recipiente de 3000 mL. El recipiente que contenía la mezcla, que era una suspensión blanca, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-105, preparado por Okano Works Ltd., Japón). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno al sistema y, así, retornar el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó en 157 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación rotacional y el calentamiento durante aproximadamente 40 minutos a presión normal y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y se destiló 2-etil-1-butanol que contenía agua con la presión en el sistema de 84 a 65 kPa. Este estado se mantuvo durante 7 horas y luego la presión en el sistema se redujo y se destiló exceso de 2-etil-1-butanol. Una vez que el destilado dejó de salir, el recipiente se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el recipiente del baño de aceite, la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de retornar la presión en el sistema a presión normal. Se obtuvieron 883 g de líquido de reacción se obtuvo en el recipiente. De acuerdo con los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H - y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano con un rendimiento del 99% en base al óxido de dioctilestaño. El mismo procedimiento se repitió doce veces, obteniendo así un total de 10600 g de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano.

Etapa 2: Producción de carbonato, obteniendo composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente

Se produjo un carbonato usando un aparato de producción continua tal como se indica en la FIG. 2. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano producido en la etapa 1 se suministró a 6074 g/Hr desde una línea de suministro 4 en un reactor en columna 102 de 151 mm de diámetro interior y una longitud efectiva de 5040 mm empaquetado con un Metal Gauze CI (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y 2-etil-1-butanol (preparado por Chisso Corporation, Japón) que se había purificado en una columna de destilación 101 se suministró a 12260 g/Hr desde una línea de suministro 2 en el reactor en columna 102. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C usando un calentador y un rehervidor 112 y la presión se ajustó en aproximadamente 31 kPa-G usando una válvula de regulación de presión. El tiempo de permanencia en el reactor era de aproximadamente 17 minutos. 12260 g/Hr de 2-etil-1-butanol que contenía agua se transportó de una porción superior del reactor a través de una línea de transferencia 6 y 958 g/Hr de 2-etil-1-butanol (preparado por Chisso Corporation, Japón) a través de una línea de suministro 1, en la columna de destilación 101 que se empaquetó con un Metal Gauze CI (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un rehervidor 111 y un condensador 121, llevando a cabo la purificación por

destilación. El destilado con alta concentración de agua de una porción superior de la columna de destilación 101 se condensó por medio del condensador 121 y se recuperó de una línea de recuperación 3. El 2-etil-1-butanol purificado se transportó fuera por medio de la línea de transferencia 2 desde una porción inferior de la columna de destilación 101. Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía dioctil-bis(2-
5 etilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano se obtuvo desde una porción inferior del reactor en columna 102 y se suministró a un evaporador de película de estaño 103 (preparado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una línea de transferencia 5. El 2-etil-1-butanol se evaporó usando el evaporador de película de estaño 103 y retornó al reactor en columna 102 por medio de un condensador 123, una
10 línea de transferencia 8 y la línea de transferencia 4. La composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se transportó desde una porción inferior del evaporador de película de estaño 103 a través de una línea de transferencia 7 y se suministró a un autoclave 104, ajustando la tasa de flujo del componente activo dioctil-bis(2-
15 etilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano a aproximadamente 6945 g/Hr. El dióxido de carbono se suministró a 973 g/Hr en el autoclave por medio de una línea de transferencia 9, manteniendo la presión en el autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se fijó en 120 °C, el tiempo de permanencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y la reacción se llevó a cabo entre el dióxido de carbono y la composición
20 catalizadora de alcóxido de alquilestaño, obteniendo así un líquido de reacción con contenido de bis(2-
etilbutil)carbonato. El líquido de reacción se transfirió a un tanque de eliminación de dióxido de carbono 105 a través de una línea de transferencia 10 y una válvula de regulación y se eliminó el dióxido de carbono residual, recuperando el dióxido de carbono de una línea de transferencia 11. A continuación, el líquido de reacción se
25 transportó por medio de una línea de transferencia 12 en un evaporador de película de estaño 106 (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) fijado a una temperatura de aproximadamente 150 °C y una presión de aproximadamente 0,3 kPa, proporcionando la tasa de flujo de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano ajustada a aproximadamente 6074 g/Hr y se obtuvo destilado que contenía bis(2-
30 etilbutil)carbonato, mientras que el residuo de evaporación se recirculó en el reactor en columna 102 a través de una línea de transferencia 13 y la línea de transferencia 4, ajustando la tasa de flujo de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano a aproximadamente 6074 g/Hr. El destilado que contenía bis(2-
35 etilbutil)carbonato se suministró por medio de un condensador 126 y una línea de transferencia 14 a 1090 g/Hr en una columna de destilación 107 que se empaquetó con un Metal Gauze Cl (preparado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un rehervidor 117 y un condensador 127 y se realizó la purificación por destilación, obteniendo 99% en peso bis(2-
40 etilbutil)carbonato de una línea de recuperación 15 a 1075 g/Hr. Después de analizar la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño de la línea de transferencia 13 por ¹¹⁹Sn-, ¹H- y ¹³C-RMN, se halló que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-
etilbutiloxi)estaño. La operación continua anterior se llevó a cabo durante aproximadamente 160 horas y luego la
composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño se retiró de una línea de extracción 16 a 30 g/Hr, mientras se
suministró 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano producido en la etapa 1 en una línea de
alimentación 17 a 30 g/Hr. Después de retirar aproximadamente 120 g de líquido de la línea de extracción 16 y llevar
a cabo el análisis de ¹¹⁹Sn-RMN, se halló que el líquido contenía aproximadamente 60% en peso de 1,1,3,3-
tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había trioctil(2-etilbutiloxi)estaño y se vio una
pluralidad de desplazamientos de RMN para un componente desactivado de alto punto de ebullición originado de
descomposición térmica en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

100 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta
térmicamente se suministró a 5 g/min en un aparato de destilación molecular (MS-300, preparado por Sibata
45 Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente
240 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 99%
en peso de trioctil(2-etilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 77 g de un componente de alto punto de
ebullición se obtuvo y después de llevar a cabo el análisis de ¹¹⁹Sn-RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetraoctil-
50 1,3-bis(2-etilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente
desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. El componente de alto
punto de ebullición se mezcló con 182 g (0,79 mol) del bis(2-etilbutil)carbonato producido en la etapa 2 y la reacción
se llevó a cabo durante 6 horas a 140 °C y presión normal. A continuación, el líquido de reacción se suministró a 5
g/min en un aparato de destilación molecular y el carbonato residual se separó a una temperatura de
aproximadamente 150 °C y una presión de aproximadamente 0,3 kPa y aproximadamente 88 g de líquido se obtuvo
55 como un componente de alto punto de ebullición. El líquido se suministró a 5 g/min en un aparato de destilación
molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 250 °C y una
presión de aproximadamente 0,01 kPa, obteniendo 71 g de un componente de bajo punto de ebullición. El
componente de bajo punto de ebullición contenía el 97% en peso de dioctil-bis(2-etilbutiloxi)estaño. Por otro lado,
para el componente de alto punto de ebullición, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del
60 componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 16

(Obtención de composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

5 Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 1. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetra-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había tributil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

10 (Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia térmicamente descompuesta)

15 500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 185 °C y una presión de aproximadamente 0,06 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de tributil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 390 g de un componente de alto punto de ebullición y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetra-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. 100 g del componente de alto punto de ebullición se mezclaron con 25 g (0,1 mol) de dibutilóxido de estaño (preparado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 560 g (0,089 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 del Ejemplo 1 en un recipiente de 1000 mL en una caja de guante purgada con nitrógeno y el recipiente se tapó. El recipiente que contenía la mezcla se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac) y un controlador de vacío (VC-105, fabricado por Okano Works Ltd.). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal, con lo cual el aparato de reacción se purgó con nitrógeno. La temperatura del baño de aceite se fijó en aproximadamente 150 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional se llevó a cabo durante aproximadamente 4 horas a presión normal y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y se eliminó el exceso de bis(3-metilbutil)carbonato con la presión en el sistema de 50 a 1 kPa y luego una vez que el destilado dejó de salir, el recipiente se retiró del baño de aceite. Se obtuvieron aproximadamente 168 g de líquido de reacción. El líquido de reacción se suministró a 5 g/min en un aparato de destilación molecular y se llevó a cabo una separación por destilación a una temperatura de aproximadamente 185 °C y una presión de aproximadamente 0,01 kPa, tras lo cual se obtuvieron 144 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía 98% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. Por otro lado, para el componente de alto punto de ebullición, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo 17

45 Se colocaron aproximadamente 100 g de dioctilestaño-bis(3-metilbutiloxi)estaño obtenidos del Ejemplo 10 en un autoclave de 200 ml (preparado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) y la temperatura se elevó a 120 °C. A continuación, se introdujo dióxido de carbono en el autoclave y la presión se ajustó en 4 MPa. El dioctilestaño-bis(3-metilbutiloxi)estaño y dióxido de carbono se hicieron reaccionar juntos durante 4 horas y luego el líquido de reacción se recuperó. El líquido de reacción se analizó y se halló que contenía aproximadamente 19% en peso de bis(3-metilbutil)carbonato.

Ejemplo 18

50 Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 1. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetra-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había tributil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm. Se suministraron 500 g de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific

Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de 155 °C y una presión de aproximadamente 0,06 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de tributil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 386 g de un componente de alto punto de ebullición y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía el componente activo 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. 50 g de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene el componente activo y el componente desactivado de alto punto de ebullición se transfirió a un recipiente de 100 mL y un condensador, un receptor de destilado y un termómetro se unieron, de modo que la destilación a presión reducida pudiera ser llevada a cabo usando el recipiente. El recipiente se sumergió en un baño de aceite calentado hasta 258 °C y así se calentó a presión normal. Después de calentar durante aproximadamente 30 minutos, la temperatura de los contenidos del recipiente alcanzaron los 250 °C, pero no se pudo recuperar el destilado. La presión en el sistema se redujo de forma gradual, alcanzando aproximadamente 0,01 kPa, pero el destilado aún no pudo ser recuperado.

Ejemplo comparativo 1

(Producción de carbonato, obteniendo composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 1. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano y además de esto, había tributil(3-metilbutiloxi)estaño y una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición se vio en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Separación y recuperación de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

500 g de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño anterior que contenía materia descompuesta térmicamente se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de 155 °C y una presión de 0,13 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 99% en peso de tributil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 386 g de un componente de alto punto de ebullición como un líquido y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. 50 g del líquido que contenía el 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano y el componente desactivado de alto punto de ebullición se extrajo y se enfrió hasta 0 °C, 15 y luego después de 60 Hr de reposo, el sólido precipitó. El sólido se separó del líquido por filtración bajo una atmósfera de nitrógeno. Se recuperaron aproximadamente 10 g del sólido y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que el sólido contenía aproximadamente el 20% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano y además de ello, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm. El análisis de ^{119}Sn -RMN también se llevó a cabo en el filtrado, tras lo cual se halló que el filtrado contenía aproximadamente 75% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo comparativo 2

(Producción de carbonato, obteniendo composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 7. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 70% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)distannoxano y además de esto, había butóxido de tributilestaño y una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición se vio en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Separación y recuperación de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente se suministraron a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de 155 °C y una presión de 0,13 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de butóxido de tributilestaño. Se obtuvieron aproximadamente 386 g de un componente de alto punto de ebullición como un líquido y después de

llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetrabutíl-1,3-di(butiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. 50 g del líquido que contenía el 1,1,3,3-tetrabutíl-1,3-di(butiloxi)distannoxano y el componente desactivado de alto punto de ebullición se extrajo y se enfrió hasta 0 °C y luego después de dejar durante 120 Hr, el sólido se precipitó. El sólido se separó del líquido por filtración bajo una atmósfera de nitrógeno. Se recuperaron aproximadamente 5 g del sólido y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que el sólido contenía aproximadamente el 22% en peso de 1,1,3,3-tetrabutíl-1,3-di(butiloxi)distannoxano y además de ello, se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm. El análisis de ^{119}Sn -RMN también se llevó a cabo en el filtrado, tras lo cual se halló que el filtrado contenía aproximadamente el 70% en peso de 1,1,3,3-tetrabutíl-1,3-di(butiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo comparativo 3

Aproximadamente 100 g del componente desactivado de alto punto de ebullición obtenido del Ejemplo 10 se colocaron en un autoclave de 200 ml (preparado por Toyo Koatsu Co., Ltd., Japón) y la temperatura se elevó a 120 °C. A continuación, se introdujo dióxido de carbono en el autoclave y la presión se ajustó en 4 MPa. El componente desactivado de alto punto de ebullición y dióxido de carbono se hicieron reaccionar juntos durante 4 horas y luego el líquido de reacción se recuperó. El líquido de reacción se analizó y se halló que contenía aproximadamente 0,3% en peso de bis(3-metilbutil)carbonato.

Ejemplo comparativo 4

(Obtención de composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 9. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había trioctil(3-metilbutiloxi)estaño y una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición se vio en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

500 g de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente anterior se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 230 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía 98% en peso de trioctil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 390 g de un componente de alto punto de ebullición se obtuvo y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. 100 g del componente de alto punto de ebullición y 1770 g (17,7 mol) de ciclohexanol (preparado por Aldrich) se mezclaron juntos en un recipiente de 3000 mL en una caja de guante purgada con nitrógeno y el recipiente se tapó. El recipiente que contenía la mezcla se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac) y un controlador de vacío (VC-105, fabricado por Okano Works Ltd.) connected tereto. La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal, con lo cual el aparato de reacción se purgó con nitrógeno. La temperatura del baño de aceite se fijó en 170 °C, y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional se llevó a cabo durante aproximadamente 1 hora a presión normal y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y una reacción de deshidratación se llevó a cabo durante aproximadamente 6 horas mientras se destilaba ciclohexanol con contenido de agua con la presión en el sistema de 80 a 30 kPa. A continuación, el exceso de ciclohexanol se destiló y luego una vez que el destilado dejó de salir, el recipiente se retiró del baño de aceite. Se obtuvieron aproximadamente 120 g de líquido de reacción. El líquido de reacción se suministró a 3 g/min en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 240 °C y una presión de aproximadamente 0,01 kPa, tras lo cual se obtuvieron 40 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía el 95% en peso de dioctil-bis(ciclohexiloxi)estaño. Por otro lado, el componente de alto punto de ebullición contenía aproximadamente el 50% en peso del componente activo 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(ciclohexiloxi)-

distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo comparativo 5

5 (Obtención de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 9. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de esto, había trioctil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Obtención de dialcóxido de dialquilestaño de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

15 500 g de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño anterior que contenía materia descompuesta térmicamente se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente 230 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía 98% en peso de trioctil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 390 g de un componente de alto punto de ebullición y después de llevar a cabo el análisis de ^{119}Sn -RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. 100 g del componente de alto punto de ebullición y 639 g (7,1 mol) de carbonato de dimetilo (preparado por Aldrich) se mezclaron juntos en un recipiente de 1000 mL en una caja de guante purgada con nitrógeno y el recipiente se tapó. El recipiente que contenía la mezcla se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd.). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió gradualmente, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal, con lo cual el aparato de reacción se purgó con nitrógeno. La temperatura del baño de aceite se fijó en aproximadamente 105 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional se llevó a cabo durante aproximadamente 5 horas a presión normal y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y el exceso de dimetilo carbonato se destiló con la presión en el sistema de 80 a 30 kPa y luego una vez que el destilado dejó de salir, el recipiente se retiró del baño de aceite. Se obtuvieron aproximadamente 120 g de líquido de reacción. El líquido de reacción se suministró a 3 g/min en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 210 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa, tras lo cual se obtuvieron 16 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía 96% en peso de dimetóxido de dioctilestaño. Por otro lado, el componente de alto punto de ebullición contenía aproximadamente el 65% en peso de una mezcla de los componentes activos 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dimetoxi-distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Ejemplo comparativo 6

45 (Obtención de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente a partir de la producción de carbonato)

Una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se obtuvo por medio del mismo proceso que en las etapas 1 y 2 del Ejemplo 9. Los resultados del análisis de ^{119}Sn -RMN eran que la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano y además de ello, había trioctil(3-metilbutiloxi)estaño y se vio una pluralidad de desplazamientos de RMN originados de un componente desactivado de alto punto de ebullición en un intervalo de -240 a -605 ppm.

(Obtención de dialcóxido de dialquilestaño a partir de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contiene materia descompuesta térmicamente)

55 500 g de la anterior composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño que contenía materia descompuesta térmicamente se suministró a 300 g/Hr en un aparato de destilación molecular (MS-300, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) y un componente volátil se eliminó a una temperatura de aproximadamente

230 °C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Este componente de bajo punto de ebullición contenía el 98% en peso de trioctil(3-metilbutiloxi)estaño. Se obtuvieron aproximadamente 390 g de un componente de alto punto de ebullición y después de llevar a cabo el análisis de ¹¹⁹Sn-RMN, se halló que contenía 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm. 100 g del componente de alto punto de ebullición y 18 g (0,089 mol) del bis(3-metilbutil)carbonato producido en la etapa 2 del Ejemplo 10 se mezclaron juntos en un recipiente de 500 mL en una caja de guante purgada con nitrógeno y el recipiente se tapó. El recipiente que contenía la mezcla se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata) que tenía conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac) y un controlador de vacío (VC-105, fabricado por Okano Works Ltd.). La salida de una válvula de purgado del evaporador se conectó a una línea para flujo de gas nitrógeno a presión normal. La válvula de purgado del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y luego la válvula de purgado se abrió de forma gradual, de modo de pasar nitrógeno en el sistema y, así, retornar el sistema a presión normal, con lo cual el aparato de reacción se purgó con nitrógeno. La temperatura del baño de aceite se fijó en aproximadamente 140 °C y el recipiente se sumergió en el baño de aceite y comenzó la rotación del evaporador. Con la válvula de purgado del evaporador abierta, la agitación rotacional se llevó a cabo durante aproximadamente 3 horas a presión normal y luego la válvula de purgado se cerró y la presión en el sistema se redujo gradualmente y se eliminó el bis(3-metilbutil)carbonato sin reaccionar con la presión en el sistema de 50 a 1 kPa y luego una vez que el destilado dejó de salir, el recipiente se retiró del baño de aceite. Se obtuvieron aproximadamente 117 g de líquido de reacción. El líquido de reacción se suministró a 3 g/min en un aparato de destilación molecular y la separación por destilación se llevó a cabo a una temperatura de aproximadamente 240 °C y una presión de aproximadamente 0,01 kPa, tras lo cual se obtuvieron 50 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía el 97% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. Por otro lado, el componente de alto punto de ebullición contenía aproximadamente el 25% en peso del componente activo 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-distannoxano, con una pluralidad de desplazamientos de RMN originados del componente desactivado de alto punto de ebullición también vistos en un intervalo de -240 a -605 ppm.

Aplicabilidad industrial

De acuerdo con la presente invención, un dialcóxido de dialquilestaño que es un componente útil se puede separar eficazmente y recuperar de la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable que contiene el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo y, así, la presente invención es de gran utilidad para aplicación en escala industrial.

REIVINDICACIONES

5 1. Un método para separar y recuperar un componente activo, convirtiendo el componente activo en un dialcóxido de dialquilestaño, a partir de una composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no destilable para usar en la producción de un carbonato, que contiene un componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo, en donde el método comprende las etapas de:

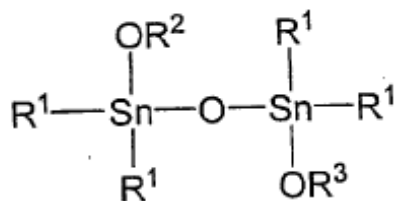
(1) hacer reaccionar la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño con un alcohol y/o un carbonato, de modo de obtener una solución de reacción que contiene un producto originado del componente activo; y

10 (2) someter la solución de reacción obtenida en la etapa (1) a destilación, de modo de separar y recuperar el dialcóxido de dialquilestaño del producto originado del componente activo, en donde el componente activo es un componente que tiene dos enlaces de estaño-carbono en cada átomo de estaño lo que constituye un alcóxido de alquilestaño y en donde el componente desactivado de alto punto de ebullición tiene un punto de ebullición superior a 250 °C a presión normal y es un compuesto de alquilestaño que contiene átomos de estaño que en el análisis de ^{119}Sn -RMN exhibe desplazamientos químicos en un intervalo de -220 a -610 ppm en base a tetrametilestaño.

15 2. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño no es capaz de ser separada por destilación en el componente desactivado de alto punto de ebullición y el componente activo en no más de 250 °C a presión normal.

3. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde el componente activo es un tetraalquildialcoxidistannoxano.

20 4. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 3, en donde el tetraalquildialcoxidistannoxano es un compuesto de alquilestaño representado por la siguiente fórmula (1):

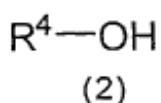


(1)

25 en donde R^1 representa un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono o un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono; y

30 cada uno de R^2 y R^3 representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono.

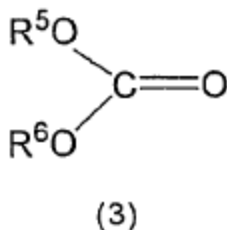
35 5. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el alcohol está representado por la siguiente fórmula (2):



40 en donde R^4 representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo

seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono.

6. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el carbonato está representado por la siguiente fórmula (3):

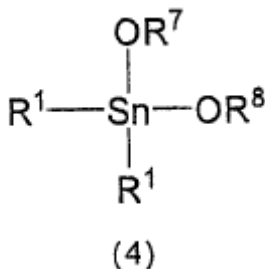


5

en donde cada uno de R^5 y R^6 representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono.

10

7. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el dialcóxido de dialquilestaño está representado por la siguiente fórmula (4):



15

en donde R^1 representa un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 5 a 19 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono o un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono; y

20

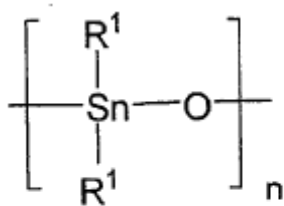
25

cada uno de R^7 y R^8 representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alifático alicíclico que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono; y

cada uno de R^7 y R^8 corresponde a un grupo alcoxi de el componente activo, R^4 en el alcohol o R^5 o R^6 en el carbonato, en donde al menos uno de R^7 y R^8 corresponde a R^4 , R^5 o R^6 .

30

8. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la composición catalizadora de alcóxido de alquilestaño contiene un óxido de dialquilestaño representado por la siguiente fórmula (5):



(5)

- 5 en donde R¹ representa un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono, un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono o un grupo arilo no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono que contiene un alquilo seleccionado del grupo que consiste en alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono.
- 10 9. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 4, en donde cada grupo alquilo del tetraalqui-dialcoxidistannoxano es un grupo n-butilo o un grupo n-octilo.
- 10 10. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 5, en donde el alcohol es un alcohol seleccionado de alcoholes de alquilos alifáticos que tienen de 4 a 8 átomos de carbono.
- 15 11. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 6, en donde el carbonato es un carbonato en el que al menos uno de R⁵ y R⁶ está seleccionado de grupos alquilo alifáticos que tienen de 4 a 8 átomos de carbono.
12. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 8, en donde el óxido de dialquilestaño es un óxido de dialquilestaño seleccionado de óxido de di-n-butil-estaño y óxido de di-n-octil-estaño.
- 20 13. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde en la etapa (1), una relación de una cantidad total de moles de alcohol y/o carbonato a la cantidad de moles de átomos de estaño contenida en el componente activo está en un intervalo de 2 a 100.
14. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde en la etapa (1), una temperatura de reacción está en un intervalo de 60 a 180 °C.
- 25 15. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la reacción de la etapa (1) se lleva a cabo en un reactor de un tipo seleccionado del grupo que consiste en un reactor con tanque de agitación, un reactor con tanque de agitación multietapa, una columna empaquetada, una columna de destilación, una columna de destilación multietapa, una columna de destilación multietapa continua, un reactor que tiene un soporte dentro y un reactor de circulación forzada.
- 30 16. El método de recuperación por separación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde en la etapa (2), la separación por destilación se lleva a cabo en un aparato de destilación de un tipo seleccionado del grupo que consiste en una columna de destilación multietapa, una columna de destilación multietapa continua, una columna empaquetada y un evaporador de película de estaño.
17. Un proceso para producir un carbonato usando un dialcóxido de dialquilestaño cuyo proceso comprende obtener un dialcóxido de dialquilestaño según el método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16.

35

FIG.1

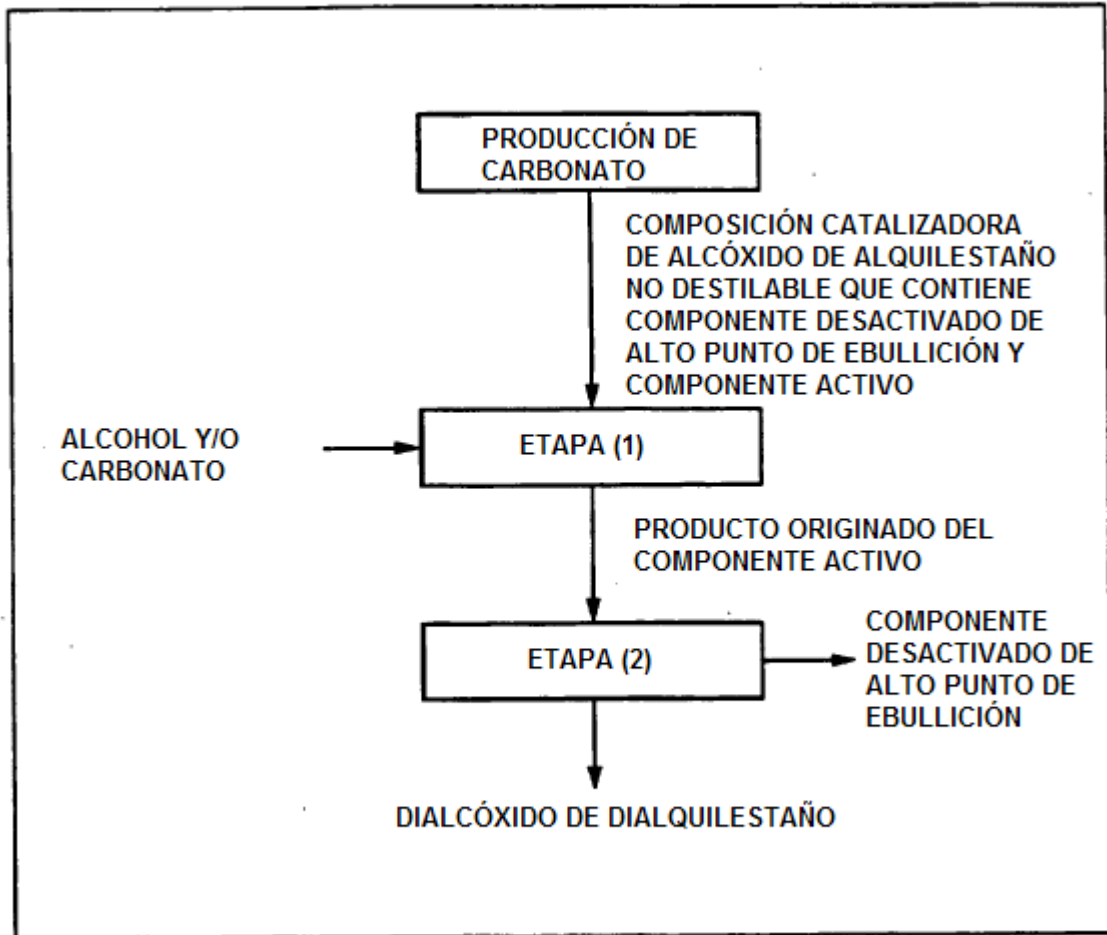


FIG.2

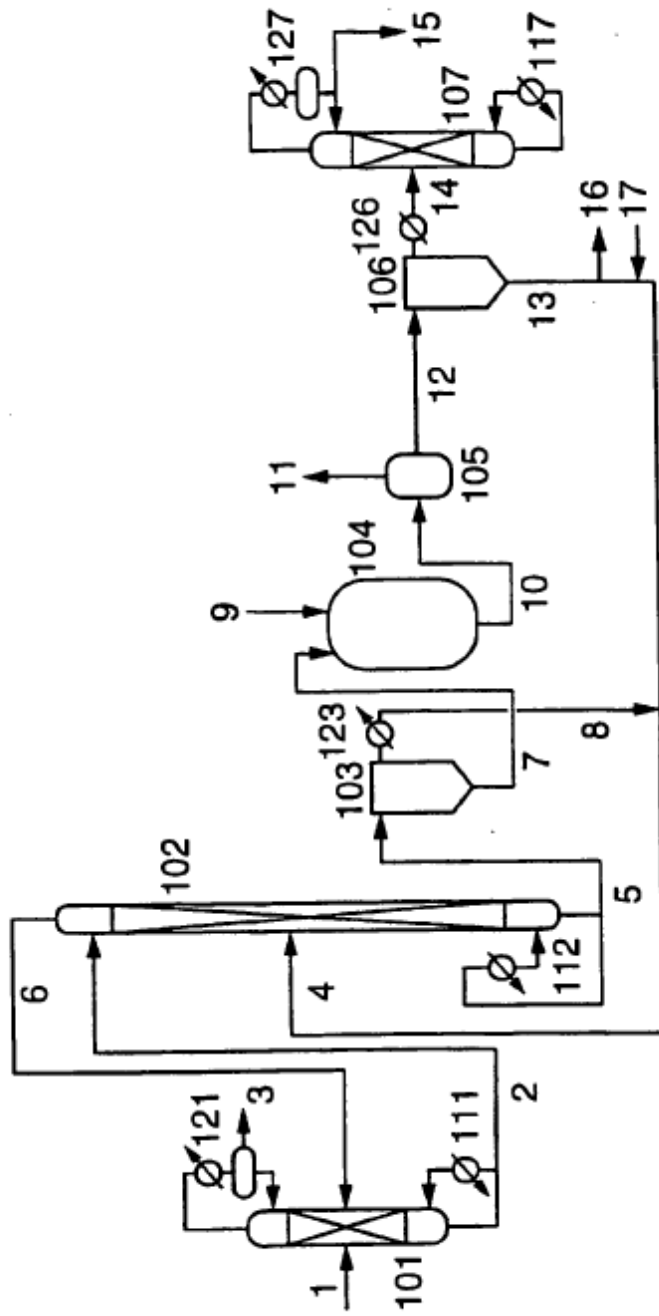


FIG.3

