

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 396 866**

51 Int. Cl.:

C07D 317/36 (2006.01)
C07C 68/04 (2006.01)
C07C 69/96 (2006.01)
C07C 31/18 (2006.01)
C07C 29/12 (2006.01)
C07C 29/128 (2006.01)
C07C 68/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.03.2007 E 07726784 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2012 EP 1994018**

54 Título: **Proceso para la producción de carbonato de alquileo y uso del carbonato de alquileo así producido en la fabricación de alcano diol y un carbonato de dialquilo**

30 Prioridad:

13.03.2006 EP 06110999

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

28.02.2013

73 Titular/es:

**SHELL INTERNATIONALE RESEARCH
MAATSCHAPPIJ B.V. (100.0%)
CAREL VAN BYLANDTLAAN 30
2596 HR DEN HAAG, NL**

72 Inventor/es:

**VAN DER HEIDE, EVERT;
VAN KESSEL, GERARDUS MARTINUS MARIS y
NISBET, TIMOTHY MICHAEL**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 396 866 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

Proceso para la producción de carbonato de alquileo y uso del carbonato de alquileo así producido en la fabricación de un alcano diol y un carbonato de dialquilo

5 La presente invención se refiere a un proceso para la producción de carbonato de alquileo y el uso del carbonato de alquileo así producido en la fabricación de un alcano diol y un carbonato de dialquilo.

Se conocen los procesos para la producción de carbonatos de alquileo. El documento de patente de número WO-A 2005/003113 describe un proceso en el que se pone en contacto dióxido de carbono con un óxido de alquileo en presencia de un catalizador adecuado. El catalizador descrito es un compuesto de tetraalquil fosfonio. Esta memoria descriptiva describe que se ha reciclado el catalizador usado. La memoria descriptiva describe además que el rendimiento del catalizador es muy estable si el catalizador se recicla a la preparación del carbonato de alquileo en un alcohol, en particular en propilenglicol (1,2-propanodiol).

10

El documento de patente de los EE.UU. de número 4.434.105 también describe un proceso para la preparación de carbonatos de alquileo. Se describen diversos catalizadores. El documento también describe que se puede reutilizar el catalizador después de la finalización de la reacción.

15 En un proceso en continuo, el producto de reacción que contiene carbonato de alquileo y el catalizador se tiene que someter a un tratamiento de preparación. Tal tratamiento de preparación generalmente incluye una o más etapas de destilación para separar el producto del catalizador. Se ha encontrado que la actividad del catalizador disminuye si el catalizador se reutiliza sin pasar por las etapas apropiadas para eliminar los contaminantes en el catalizador a reciclar. Estos contaminantes incluyen productos de descomposición del catalizador de fosfonio. Ninguno de los documentos mencionados anteriormente proporciona un método para evitar una acumulación de tales contaminantes.

20

Ahora se ha encontrado que la actividad del catalizador se puede retener al purificar al menos parte del catalizador del producto.

25 En consecuencia, la presente invención proporciona un proceso para la producción de un carbonato de alquileo por la reacción de un óxido de alquileo con dióxido de carbono en presencia de un catalizador de fosfonio en el que el proceso

- (a) el óxido de alquileo, el dióxido de carbono y el catalizador de fosfonio se introducen continuamente en una zona de reacción de la que se extrae una corriente de producto que contiene carbonato de alquileo y el catalizador fosfonio usado,
- 30 (b) el carbonato de alquileo y una corriente que contiene catalizador de fosfonio usado se separan de la corriente de producto,
- (c) el carbonato de alquileo, separado en la etapa (b), se recupera como producto,
- (d) al menos una parte de la corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado se somete a purificación, para obtener catalizador de fosfonio purificado, y
- 35 (e) el catalizador de fosfonio purificado se recicla a la zona de reacción.

El proceso según la presente invención permite que el catalizador se pueda usar durante un largo período en un proceso en continuo. Se ha encontrado que la razón por la que puede estar relacionado con la formación de productos de descomposición en el catalizador durante la preparación de carbonato de alquileo. Se ha encontrado que los contaminantes del catalizador de fosfonio incluyen óxidos de fosfina. Mediante la purificación del catalizador usado, se pueden eliminar eficazmente los óxidos de fosfina de modo que se puede reciclar el catalizador activo a la zona de reacción en la etapa (a). Una ventaja adicional del presente proceso reside en el hecho de que el proceso se adelanta a la necesidad de incluir una corriente de purga a través de la cual se tiene que retirar el catalizador contaminado del proceso.

40

El catalizador es un compuesto de fosfonio. Tales catalizadores son conocidos, por ejemplo, de los documentos de patente de número US-A 5.153.333, US-A 2.994.705, US-A 4.434.105, WO-A 99/57108, EP-A 776.890 y WO-A 2005/003.113. Preferentemente, el catalizador es un haluro de fosfonio de fórmula $R_4P\text{Hal}$, en la que Hal significa haluro y cada R puede ser el mismo o diferente y se puede seleccionar de un grupo alquilo, alqueno, alifático cíclico o aromático. El grupo R contiene adecuadamente de 1 a 12 átomos de carbono. Se obtienen buenos resultados, siendo R un grupo alquilo de C_{1-8} . Los más preferentes son grupos R que se seleccionan de grupos metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, y t-butilo. Preferentemente, el ion haluro es bromuro o yoduro. Se comprobó que los compuestos bromuro y yoduro son más estables que los correspondientes compuestos cloruro. El catalizador de fosfonio más preferido es el bromuro de tetra (n-butil) fosfonio. Una ventaja adicional del presente proceso reside en que no existe la necesidad de un costoso tratamiento de una corriente de purga de catalizador que contiene halógeno. La purificación del catalizador de fosfonio usado se puede lograr de varias maneras. Es

45

50

posible someter al catalizador usado a extracción, cristalización, adsorción, u otras técnicas de separación. Se prefiere someter al catalizador usado a destilación.

5 Se ha encontrado que el catalizador usado tiende a formar productos de descomposición cuando se expone a temperaturas relativamente elevadas durante un período prolongado. Por tanto, se prefiere llevar a cabo la destilación a temperaturas relativamente bajas. A esto, la destilación se lleva a cabo adecuadamente a presiones inferiores a la atmosférica. Al usar una presión inferior a la atmosférica los contaminantes en la composición del catalizador se separan por destilación dejando el catalizador de fosfonio purificado como residuo de destilación. La temperatura de destilación preferentemente no excede de 250 °C. Más preferentemente, la temperatura de destilación varía de 50 a 200 °C, lo más preferentemente de 100 a 180 °C. Presiones adecuadas para tales 10 temperaturas de destilación son de 0,1 a 0,0001 bar (10 a 0,01 kPa). Preferentemente, la presión varía de 0,05 hasta 0,0005 bar (5.000 a 5 Pa).

Es sorprendente que estos catalizadores de fosfonio muestren una completa recuperación de su actividad incluso cuando se han sometido a estas condiciones de destilación.

15 El catalizador de fosfonio tiende a ser un material sólido. El catalizador se puede reciclar a la zona de reacción como un sólido. También es posible convertir el catalizador a una masa fundida y reciclar el catalizador fundido a la zona de reacción. Sin embargo, puesto que la presencia de un disolvente muestra un efecto estabilizador sobre el catalizador, se prefiere reciclar el catalizador de fosfonio purificado a la zona de reacción en presencia de un disolvente. El disolvente puede ser un compuesto que contenga un grupo carbonilo, especialmente aldehídos, tal como se describe en el documento de patente de número WO-A 2005/051939. Más preferentemente, el disolvente 20 es un alcohol. Se pueden seleccionar muchos alcoholes para aumentar la estabilidad del catalizador de fosfonio. El alcohol puede ser monovalente, bivalente o multivalente. El alcohol puede comprender una cadena alifática de C₁₋₁₂ sustituida con uno o más grupos hidroxilo. También se pueden usar alcoholes aromáticos o alcoholes alquilaromáticos, de manera adecuada con 6 a 12 átomos de carbono. También se puede usar polialquilenglicoles o los monoalquil-éteres de los mismos. También se pueden usar las mezclas.

25 Preferentemente, los alcoholes usados se seleccionan del grupo que consiente en mono-alcoholes de C₁₋₆, alcano C₂₋₆-dioles, alcano C₃₋₆-polioles, incluyendo glicerol, fenol, alquil C₁₋₆ fenoles sustituidos, alcoholes cicloalifáticos de C₆₋₁₂ y sus mezclas. Muy adecuados son los alcano C₂₋₆-polioles, en particular, 1,2-etano diol, 1,2-propano diol, sorbitol y mezclas de los mismos. El uso de etano o propano diol tiene una ventaja adicional cuando el carbonato de alquilenos se convierte a alquilen glicol (alcano diol), y el alcalene glicol se usa como disolvente para el catalizador de 30 fosfonio. El sorbitol proporciona una excelente estabilidad al catalizador de fosfonio. Puede ser ventajoso usar una combinación de 1,2-etano o propano diol y sorbitol.

Con el fin de reponer cualquier catalizador descompuesto es eficaz para añadir catalizador de fosfonio fresco a la zona de reacción. El catalizador de fosfonio fresco se puede añadir en cualquier lugar del proceso en donde esté presente el catalizador. Adecuadamente, se añade cualquier catalizador de fosfonio fresco al proceso a través de la 35 adición directa a la zona de reacción o a través de la adición a la corriente de catalizador de fosfonio purificado que se va a reciclar.

40 En el presente proceso, al menos parte de la corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado se somete a la etapa de purificación. Es posible someter a toda la corriente y por lo tanto a todo el catalizador a esta purificación. Sin embargo, se prefiere someter sólo a una parte de la misma. Haciendo esto se evita la acumulación de contaminantes. Además, se ha demostrado que si el catalizador de fosfonio contiene una cantidad menor de tales contaminantes, tales contaminantes no tienen un efecto perjudicial sobre la actividad del catalizador. Es evidente el hecho de que al no tener que purificar todo el catalizador de una forma continua se proporciona una ventaja económica significativa. Adecuadamente, de 1 a 90 % en peso, más preferentemente de 2 % a 50 % en peso, lo más preferentemente de 5 % en peso a 25 % en peso de la corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado 45 se somete a purificación. Se prefiere que también la otra parte de la corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado se recicle a la zona de reacción, junto con el catalizador de fosfonio purificado. Más preferentemente, toda la parte restante de esta corriente se recicla a la zona de reacción. Aunque puede que no haya necesidad de una corriente de purga, es posible aplicar una corriente de purga menor.

50 La corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado contiene adecuadamente algo de carbonato de alquilenos. El carbonato de alquilenos asegura que el catalizador de fosfonio usado esté en forma líquida, lo que facilita su transporte, por ejemplo, el reciclado. Además, se ha encontrado que la combinación de alcohol y carbonato de alquilenos tiene un efecto estabilizador sobre el catalizador. Por lo tanto, si sólo una parte del catalizador de fosfonio usado se somete a purificación la parte restante del catalizador usado, de manera adecuada en combinación con carbonato de alquilenos se recicla a la zona de reacción. Si el catalizador de fosfonio purificado se ha disuelto en un 55 alcohol, estas corrientes se pueden combinar adecuadamente de tal manera que una mezcla de catalizador de fosfonio usado, catalizador de fosfonio purificado, alcohol y carbonato de alquilenos se recicla a la zona de reacción. Si el carbonato de alquilenos está presente en la corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado el carbonato de alquilenos se separa de cualquier contaminante que contenga fósforo y del catalizador en la etapa de purificación. Esto se puede lograr en una columna de destilación donde se obtienen diferentes fracciones en bandejas diferente. 60 Sin embargo, también se puede lograr esto en dos etapas concretas, en donde en la primera etapa el carbonato de

alquileno se separa del catalizador y de cualesquiera contaminantes pesados, y, posteriormente, los contaminantes se separan del catalizador para producir el catalizador de fosfonio purificado. La última manera tiene la ventaja de que se pueden aplicar las condiciones óptimas de destilación para cada etapa en concreto.

5 El óxido de alquileno que se convierte en el presente proceso es adecuadamente un óxido de alquileno de C_{2-4} , en particular, óxido de etileno u óxido de propileno o mezclas de los mismos.

10 La cantidad de catalizador de fosfonio en la zona de reacción se puede convenientemente expresar en moles de catalizador por mol de óxido de alquileno. Debido a una cantidad menor de subproductos, el proceso objeto se lleva a cabo adecuadamente en presencia de al menos 0,0001 moles del catalizador de fosfonio por mol de óxido de alquileno. Preferentemente, la cantidad de catalizador de fosfonio presente es tal que varía de 0,0001 a 0,1 moles de catalizador de fosfonio, más preferentemente de 0,001 a 0,05, y lo más preferentemente de 0,003 a 0,03 moles de catalizador de fosfonio por mol de óxido de propileno.

15 La reacción del dióxido de carbono con el óxido de alquileno es reversible. Esto significa que el carbonato de alquileno formado se puede convertir de nuevo a dióxido de carbono y óxido de alquileno. La relación molar entre el dióxido de carbono y el óxido de alquileno puede ser tan baja como 0,5:1, más adecuadamente de 0,75:1. En vista de la reversibilidad de la reacción se prefiere para asegurarla al menos un ligero exceso de dióxido de carbono, tal como 1.0:1 a 10:1, más preferentemente de 1,01:1 a 2:1, lo más preferentemente de 1,01:1 a 1,2:1. Un medio adecuado para establecer un exceso de dióxido de carbono es llevar a cabo la reacción a una presión elevada de dióxido de carbono y mantener la presión constante por dosificación de dióxido de carbono. La presión total varía adecuadamente de 5 a 200 bares; la presión parcial de dióxido de carbono está preferentemente en el intervalo de 5 a 70, más preferentemente de 7 a 50, y lo más preferentemente de 10 a 30 bares.

20 La temperatura de reacción se puede seleccionar de un amplio intervalo. Adecuadamente, la temperatura se selecciona de 30 a 300 °C. La ventaja de una temperatura relativamente alta es el aumento en la velocidad de reacción. Sin embargo, si la temperatura de reacción es demasiado alta, se pueden producir reacciones secundarias, entre otras, la degradación del carbonato de alquileno a dióxido de carbono y propionaldehído o acetona, la reacción no deseada del óxido de alquileno con cualquier alcano diol, si está presente, o se puede acelerar la descomposición no deseada del catalizador de fosfonio. Por lo tanto, la temperatura se selecciona adecuadamente de 100 a 220 °C.

25 La persona experta será capaz de adaptar otras condiciones de reacción según sea apropiado. El tiempo de residencia del óxido de alquileno y del dióxido de carbono en la zona de reacción se puede seleccionar sin una carga indebida. El tiempo de residencia por lo general se puede variar entre 5 minutos y 24 horas, preferentemente entre 10 minutos y 10 horas. La conversión del óxido de alquileno es adecuadamente al menos 95 %, más preferentemente al menos 98%. Dependiendo de la temperatura y de la presión se puede adaptar el tiempo de residencia. La concentración de catalizador también puede variar entre amplios intervalos. Concentraciones adecuadas incluyen de 1 a 25 % en peso, basado en la mezcla total de reacción. Se pueden obtener buenos resultados con una concentración de catalizador de 2 a 8 % en peso, basado en la mezcla total de reacción.

30 En cuanto a las cantidades relativas de carbonato de alquileno y de alcohol, el experto en la técnica puede variar la relación en intervalos amplios. Se han obtenido muy buenos resultados empleando una relación en peso de carbonato de alquileno a alcohol de 0,1-10, en particular de 0,2 a 5, más preferentemente de 0,5 a 2. A la vista de la posibilidad de la reacción no deseada entre el óxido de alquileno y un alcohol en la zona de reacción, la cantidad de alcohol se mantiene adecuadamente en un nivel relativamente bajo, tal como de 1 a 25 % en peso, basado en el peso de óxido de alquileno, dióxido de carbono, carbonato de alquileno y alcohol en la zona de reacción. Preferentemente, la cantidad de alcohol varía de 5 a 20 % en peso.

35 El carbonato de alquileno que se produce en el presente proceso se puede usar adecuadamente para la producción de alcano diol y de carbonato de dialquilo. En consecuencia, la presente invención también proporciona un proceso para la preparación de carbonato de dialquilo y alcano diol que comprende hacer reaccionar alcohol y carbonato de alquileno sobre un catalizador de transesterificación en cual el carbonato de alquileno se ha preparado según el proceso de la presente invención, y recuperar el alcano diol y el carbonato de dialquilo de la mezcla de reacción resultante. El alcohol es adecuadamente un alcohol de C_{1-4} . Preferentemente, el alcohol es metanol, etanol o isopropanol.

40 Se conoce la reacción de transesterificación en sí misma. En este contexto se hace referencia al documento de patente de los EE.UU. de número US-A 4.691.041, que describe un proceso para la fabricación de etilenglicol y carbonato de dimetilo por reacción de transesterificación sobre un sistema de catalizador heterogéneo, en particular una resina de intercambio de iones con amina terciaria, amonio cuaternario, ácido sulfónico y grupos funcionales de ácido carboxílico, silicatos alcalinos y alcalinotérreos impregnados en sílice y zeolitas de amonio intercambiado. Los documentos de patente de los EE.UU. de números US-A 5.359.118 y US-A 5.231.212 describen un proceso en continuo para preparar carbonatos de dialquilo sobre una gama de catalizadores, incluyendo compuestos de metales alcalinos, en particular hidróxidos o alcoholatos de metales alcalinos, tales como hidróxido o metanolato de sodio, compuestos de talio, bases que contienen nitrógeno tales como trialkil aminas, fosfinas, estibinas, arseninas, compuestos de azufre o selenio y, sales de estaño, titanio o zirconio. Según el documento de patente de número

WO-A. 2005/003113 la reacción del carbonato de alquileo con un alcohol se lleva a cabo sobre catalizadores heterogéneos, por ejemplo, alúmina. En este documento se propone eliminar el catalizador de fosfonio junto con el alcohol, es decir, después de la conversión del carbonato de alquileo a alcohol. Sin embargo, según la presente invención se prefiere separar el alcohol, si está presente, en una etapa anterior. Según la presente invención, el alcohol se separa preferentemente de la corriente de producto que contiene carbonato de alquileo y el catalizador de fosfonio usado. De esta manera, la cantidad de alcohol a reciclar puede mantenerse a un mínimo. Además, cualquier compuesto ligero de haluro que se pueda formar durante la reacción como subproducto se separa del producto de carbonato de alquileo y no podrá obstaculizar cualquier etapa posterior del proceso. Se prefiere usar el alcohol como disolvente, en presencia del cual el catalizador de fosfonio purificado se recicla a la zona de reacción en la que se hacen reaccionar el dióxido de carbono y el óxido de alquileo para producir el carbonato de alquileo. De esta manera se evita la presencia de alcoholes extraños.

De conformidad con lo anterior, la presente invención proporciona además un proceso para la producción de un carbonato de alquileo por la reacción de un óxido de alquileo con dióxido de carbono en presencia de un catalizador de fosfonio en cuyo proceso

- (a) el óxido de alquileo, dióxido de carbono y el catalizador de fosfonio se introducen continuamente en una zona de reacción de la que se extrae una corriente de producto que contiene carbonato de alquileo y el catalizador de fosfonio usado, y
- (b) el carbonato de alquileo y una corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado se separan de la corriente de producto. La separación se puede lograr convenientemente a través de destilación. El producto de carbonato de alquileo generalmente, opcionalmente después de la separación de un alcohol ligero, se recupera como producto de cabeza. El producto de cola contiene el catalizador de fosfonio usado y algo de carbonato de alquileo. Una parte de esta corriente de cola se somete a continuación a purificación a través de una sección separada de destilación, según el proceso de la presente invención. El catalizador de fosfonio purificado así obtenido se disuelve convenientemente en alcohol y la disolución se combina con una parte restante de la corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado y el carbonato de alquileo. La combinación obtenida de carbonato de alquileo, alcohol, catalizador de fosfonio usado y catalizador de fosfonio purificado se recicla a la zona de reacción.

La invención se aclarará adicionalmente por medio de los siguientes ejemplos.

EJEMPLOS

EJEMPLO 1

Para demostrar que se puede lograr la purificación del catalizador de fosfonio usado se llevó a cabo el siguiente experimento.

Se sometió a una disolución de catalizador usado (100 ml), que comprendía aproximadamente 75 % en peso de carbonato de propileno y 25 % en peso de composición de catalizador de fosfonio usado a destilación en matraz de vidrio de fondo redondo. La composición de catalizador usado contenía 18,2 % en moles de óxido de tributil fosfina, siendo el resto bromuro de tetrabutyl fosfonio. Se separó una primera fracción por destilación bajo vacío a 65 °C y 2 mbar (200 Pa). Esta fracción consistió principalmente en carbonato de propileno. El residuo se solidificó en la refrigeración y se fundió de nuevo con calefacción. La masa fundida se sometió a destilación a 160 °C y 1 mbar (100 Pa). Se recuperó una segunda fracción, compuesta principalmente de óxido de tributil fosfina. El residuo que quedaba en el matraz solidificó y consistió principalmente en bromuro de tetrabutyl fosfonio. El análisis mostró que el residuo contenía 1,7 % en moles de óxido de tributil fosfina.

EJEMPLO 2

Para demostrar que el catalizador de fosfonio purificado ha recuperado su actividad catalítica se llevaron a cabo dos experimentos. En ambos experimentos se introdujeron 120 g de óxido de propileno en un autoclave de 1 litro. El autoclave se presurizó con CO₂ y se calentó a 150 °C. Se introdujo CO₂ adicional hasta que se alcanzó una presión de 20 bar. Se introdujo en el autoclave una disolución de 250 mg de catalizador de bromuro de fosfonio en 5 g de 1,2-propanodiol. Se introdujeron 10 g adicionales de 1,2-propanodiol. La presión se mantuvo constante a 20 bares dosificando CO₂ en el autoclave. Después de cinco horas se detuvo la introducción de CO₂ y se dejó enfriar al autoclave. Para los dos experimentos se determinaron la cantidad de carbonato de propileno, el porcentaje de conversión y la selectividad.

Los experimentos se llevaron a cabo de la misma manera, la única diferencia es que en el caso del experimento 1, el catalizador se tomó a partir del residuo del Ejemplo 1, y en el caso del experimento 2 se introdujo bromuro de tetrabutyl fosfonio fresco de alta pureza (ex Fluka). Los resultados se muestran en la siguiente tabla.

Tabla

Experimento nº	Carbonato de propileno, g	Conversión, %	Selectividad, %
1	187,8	90,7	99,7
2	190,5	90,6	99,8

REIVINDICACIONES

- 1.- El proceso para la producción de un carbonato de alquileo por la reacción de un óxido de alquileo con dióxido de carbono en presencia de un catalizador de fosfonio en cuyo proceso
- 5 (a) el óxido de alquileo, dióxido de carbono y el catalizador de fosfonio se introducen continuamente en una zona de reacción de la que se extrae una corriente de producto que contiene carbonato de alquileo y el catalizador de fosfonio usado,
- (b) el carbonato de alquileo y una corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado se separan de la corriente de producto,
- (c) el carbonato de alquileo, separado en la etapa (b), se recupera como producto,
- 10 (d) al menos una parte de la corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado se somete a purificación, para obtener catalizador de fosfonio purificado, en donde la parte de la corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado que se purifica, se somete a destilación a una temperatura de destilación que varía de 50 a 200 °C y a una presión para la destilación de 0,1 a 0,0001 bar (10 a 0,01 kPa), y
- (e) el catalizador de fosfonio purificado se recicla a la zona de reacción.
- 15 2.- El proceso según la Reivindicación 1, en donde el catalizador es un haluro de fosfonio de fórmula $R_4P\text{Hal}$, en la que Hal significa haluro y cada R puede ser el mismo o diferente y se puede seleccionar de un grupo alquilo, alqueniilo, alifático cíclico o aromático.
- 3.- El proceso según la Reivindicación 2, en donde el catalizador es bromuro de tetra (n-butil) fosfonio.
- 4.- El proceso según una cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 3, en donde la temperatura de destilación varía de 100 a 180 °C.
- 20 5.- El proceso según una cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en donde el catalizador de fosfonio purificado se recicla a la zona de reacción en presencia de un disolvente.
- 6.- El proceso según una cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 5, en donde de 1 a 90 % en peso, más preferentemente de 2 a 50 % en peso, lo más preferentemente de 5 % en peso a 25 % en peso de la corriente que contiene el catalizador de fosfonio usado se somete a purificación.
- 25 7.- El proceso según una cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 6, en donde otra parte de la corriente que contiene catalizador de fosfonio usado se recicla a la zona de reacción.
- 8.- El proceso según una cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 7, en donde una mezcla de catalizador de fosfonio usado, catalizador de fosfonio purificado, alcohol y carbonato de alquileo se recicla a la zona de reacción.
- 30 9.- El proceso para la preparación de alcano diol y carbonato de dialquilo que comprende preparar un carbonato de alquileo por la reacción de un óxido de alquileo con dióxido de carbono en presencia de un catalizador de fosfonio mediante el proceso según una cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 8, haciendo reaccionar un alcohol y el carbonato de alquilo sobre un catalizador de transesterificación, y recuperar el alcano diol y el carbonato de dialquilo de la mezcla de reacción resultante.
- 35 10.- El proceso según la Reivindicación 9, en donde el alcano diol se usa como disolvente en presencia del cual el catalizador de fosfonio purificado se recicla a la zona de reacción.