

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 399 852**

51 Int. Cl.:

C07F 7/22 (2006.01)

C07C 68/04 (2006.01)

C07C 69/96 (2006.01)

C07B 61/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.03.2009 E 09804784 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.12.2012 EP 2226328**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de un compuesto de alcóxido de alquil estaño y procedimiento para la producción de éster carbonato con utilización del compuesto**

30 Prioridad:

08.08.2008 JP 2008206205

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

03.04.2013

73 Titular/es:

**ASAHI KASEI CHEMICALS CORPORATION
(100.0%)
1-105, KANDA JINBOCHO, CHIYODA-KU
TOKYO 101-8101, JP**

72 Inventor/es:

**SHINOHATA, MASAOKI y
MIYAKE, NOBUHISA**

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Carlos

ES 2 399 852 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la fabricación de un compuesto de alcoxido de alquil estaño y procedimiento para la producción de ester carbonato con utilización del compuesto

5

Sector técnico

La presente invención se refiere a la preparación de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano como catalizadores utilizados en la preparación de ésteres y ésteres de ácido carbónico, y a la preparación de un éster y éster de ácido carbónico utilizando el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano.

10

Antecedentes de la técnica

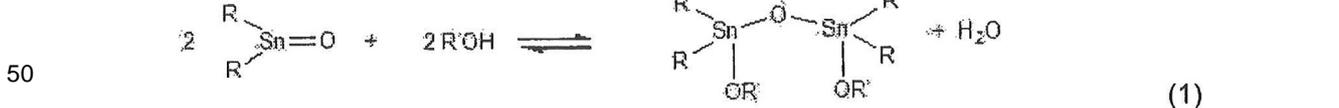
Los compuestos de dialcóxido de dialquil estaño y los compuestos de tetraalquil dialcoxi diestanoxano son extremadamente útiles como catalizadores, tales como catalizadores de síntesis de ésteres, catalizadores de síntesis de ésteres de ácido carbónico, catalizadores de reacciones de transesterificación y catalizadores de polímeros de silicona o de curado de uretano. En particular, además de ésteres de ácido carbónico que se utilizan como aditivos, tales como aditivos de la gasolina para mejorar el índice de octano y aditivos de combustible diesel para reducir los niveles de partículas en los gases de escape, estos útiles compuestos se utilizan también como agentes de alquilación, agentes de carbonilación o disolventes y similares, durante la síntesis de policarbonatos, uretanos, productos farmacéuticos, productos químicos agrícolas y otros compuestos orgánicos, o como electrolitos de baterías de litio, materias primas para aceites lubricantes y materias primas para agentes de desoxigenación para evitar la corrosión de tubos de calderas. Los compuestos de dialcóxido de dialquil estaño y compuestos de tetraalquil dialcoxi diestanoxano están atrayendo la atención particularmente como catalizadores de síntesis. Por ejemplo, el documento de Patente 1 (Publicación Internacional Núm. WO 2003/055840) da a conocer un procedimiento para preparar un éster de ácido carbónico, que comprende hacer reaccionar un compuesto organometálico que contiene dialcóxido de dialquil estaño con dióxido de carbono, seguido por descomposición térmica del producto de adición formado.

15

Son conocidos varios métodos para la preparación de compuestos de dialcóxido de dialquil estaño y compuestos de tetraalquil dialcoxi diestanoxano.

Por ejemplo, el documento de Patente 2 (Patente de EE.UU. Núm. 5.545.600) da a conocer un procedimiento que comprende llevar a cabo una reacción de deshidratación sobre un óxido de dialquil estaño y un alcohol y eliminar el componente resultante de bajo punto de ebullición, que contiene agua, del líquido de reacción. Esta reacción se presume que es una reacción de equilibrio secuencial que acompaña a la deshidratación, tal como se muestra en las fórmulas (1) y (2) a continuación, y con el fin de obtener dialcóxido de dialquil estaño con un alto rendimiento, el dialcóxido de dialquil estaño se prepara a la vez que se extrae el agua formada mediante cada una de las reacciones de deshidratación fuera del sistema. Además, dado que esta reacción es desventajosa en términos de energía, es necesario llevar a cabo la reacción durante un tiempo prolongado a una temperatura elevada (por ejemplo, 180 °C), y hay casos en los que ocurren reacciones de desnaturalización térmica en los productos en forma de compuestos de dialcóxido de dialquil estaño y compuestos de tetraalquil dialcoxi diestanoxano debido a este calentamiento durante un período de tiempo prolongado a altas temperaturas. Puesto que el compuesto de dialquil estaño es un sólido, hay casos en los que se producen dificultades de manipulación durante la preparación mediante un proceso continuo.

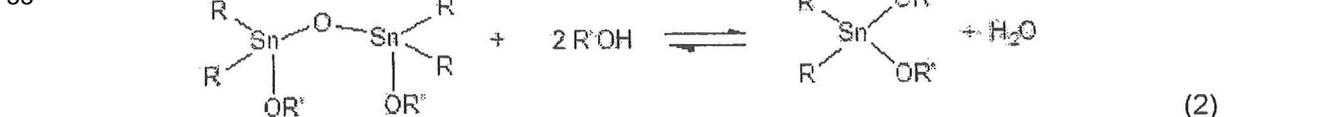
20



25

(en la que cada uno de R y R' representa independientemente un grupo alquilo)

30



35

(en la que cada uno de R y R' representa independientemente un grupo alquilo)

Además, el documento no de patente 1 (Journal of Chemical Society, p. 740, 1964) da a conocer un procedimiento para la preparación de dibutóxido de dietil estaño haciendo reaccionar dietil dicloro estaño y butóxido de sodio. En esta reacción, debido a que se forma un subproducto en forma de cloruro de sodio como un sólido, el líquido

40

después de la reacción adopta forma de una suspensión, lo que resulta en la posibilidad de dificultades de manipulación cuando se purifica el compuesto de estaño y similares.

5 Por otra parte, el documento de Patente 3 (publicación de patente internacional Núm. WO 2008/044575) da a conocer un proceso en el que una composición desactivada de un catalizador de estaño formado en el proceso de producción de éster de ácido carbónico se regenera y se utiliza de nuevo como catalizador en la producción de éster de ácido carbónico. Este proceso de regeneración produce un compuesto de dialquil estaño por tratamiento térmico de un compuesto producido haciendo reaccionar una composición que contiene una forma desactivada de un compuesto de alcóxido de dialquil estaño, formado en el proceso de producción de éster de ácido carbónico, con un ácido y/o anhídrido de ácido, y el compuesto de dialquil estaño, además, se regenera a un compuesto de alcóxido de dialquil estaño.

Referencias de la técnica anterior

15 Documentos de Patente

Documento de Patente 1: Publicación Internacional Núm. WO 2003/055840

Documento de Patente 2: Patente de EE.UU. Núm. 5545600

Documento de Patente 3: Publicación de Patente Internacional Núm. WO 2008/044575

Documentos no de patentes

20 Documento no de patente 1: Journal of Chemical Society, p.740, 1964

Descripción de la invención

25 Problemas a resolver por la invención

En una etapa de regeneración del compuesto de dialquil estaño al compuesto de dialcóxido de dialquil estaño, se obtiene una composición que contiene óxido de dialquil estaño haciendo reaccionar el compuesto de dialquil estaño con una solución alcalina acuosa, la composición se hace reaccionar con un alcohol, y se elimina un componente que contiene el agua formada del líquido de reacción, y debido a que esta es acompañada por una reacción de deshidratación, tal como se representa mediante las fórmulas anteriores (1) y (2), hay casos en los que esta etapa puede estar acompañada por una reacción de desnaturalización térmica del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y del compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, tal como se ha descrito anteriormente. Además, dado que el óxido de dialquil estaño es un sólido en esta etapa, etapas que implican la manipulación de un líquido y etapas que implican la manipulación de un sólido están ambas presentes, lo que resulta en una dificultad con respecto a la implementación industrial.

Tal como se ha descrito anteriormente, el problema de desarrollar una tecnología para prepara fácilmente el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano sin tener que manipular los compuestos en estado sólido permanece sin resolverse en la actualidad.

40 Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es dar a conocer un procedimiento para la preparación de compuestos de alcóxido de dialquil estaño sin que implique la manipulación de compuestos de estaño sólidos. Otro objetivo de la presente invención es dar a conocer un procedimiento para utilizar los compuestos de alcóxido de dialquil estaño producidos en la preparación de ésteres de ácido carbónico.

45 Medios para resolver los problemas

Como resultado de llevar a cabo extensos estudios sobre los problemas mencionados anteriormente, los inventores de la presente invención descubrieron que los problemas mencionados anteriormente pueden ser resueltos mediante la preparación de un compuesto de alcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano haciendo reaccionar un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano específicos con un éster de ácido carbónico y/o un alcohol, lo que conduce a la realización de la presente invención.

A saber, la presente invención da a conocer:

55 [1] un procedimiento para preparar un compuesto representado por XOR^2 y un compuesto que contiene estaño seleccionado entre:

un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces $Sn-R^1$ y dos enlaces $Sn-OR^2$ y/o

60 un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano que tiene un enlace $Sn-O-Sn$, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano tiene dos enlaces $Sn-R^1$ y un enlace $Sn-OR^2$, que comprende hacer reaccionar en ausencia de un catalizador, como mínimo, un compuesto de dialquil estaño seleccionado del grupo que comprende i) y ii) a continuación:

65 i) un compuesto de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces $Sn-R^1$ (en el que R^1 representa un grupo alquilo), y dos enlaces $Sn-OX$ (en el que OX es un grupo en el que HOX , que es un conjugado ácido de OX , es un ácido de Bronsted que tiene un pK_a de 0 a 6,8); y

ii) un compuesto de tetraquil diestanoxano que tiene un enlace Sn-O-Sn, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraquil diestanoxano tiene dos enlaces Sn-R¹ y un enlace Sn-OX (en el que OX es un grupo en el que HOX, que es conjugado ácido de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8); y un éster de ácido carbónico representado por R²OCOOR² (en el que R² representa un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquileno de alquilo, un grupo aromático o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado)), y/o un alcohol representado por R²OH (en el que R² es el mismo tal como se ha definido anteriormente),

[2] el procedimiento, según el punto [1], en el que, en el éster de ácido carbónico R²OCOOR² y/o el alcohol R²OH, R² representa un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, o un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado,

[3] el procedimiento, según el punto [1] o [2], en el que, en el éster dialquil carbónico R²OCOOR² y/o el alcohol R²OH, R² representa un grupo alquilo lineal o ramificado, que tiene de 1 a 8 átomos de carbono,

[4] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [3], en el que el compuesto de dialquil estaño es un compuesto representado por la siguiente fórmula (3):



(en la que cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado, que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno,

OX¹ y OX² son OX¹ y OX² en los que HOX¹ y HOX², que son ácidos conjugados de OX¹ y OX², son ácidos de Bronsted, que tienen un pKa de 0 a 6,8, y

a y b son números enteros de 0 a 2, respectivamente, y a + b = 2),

[5] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [4], en el que el compuesto de tetraalquil diestanoxano es un compuesto representado por la siguiente fórmula (4):



(en la que cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado, que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno, y

OX³ y OX⁴ son OX³ y OX⁴ en los que HOX³ y HOX⁴, que son ácidos conjugados de OX³ y OX⁴, son ácidos de Bronsted, que tienen un pKa de 0 a 6,8)

[6] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [5], en el que el grupo OX representa un grupo aciloxilo,

[7] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [6], en el que la reacción del compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano y el éster de ácido carbónico y/o el alcohol, se lleva a cabo a una temperatura de 20 a 250°C,

[8] el procedimiento según el punto [1], en el que el compuesto de dialcoxido diaquil estaño es un compuesto representado por la siguiente fórmula (5):



(en la que

cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, que se deriva de un compuesto de diaquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano, y

5 cada R^2 representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo $Y-CH_2-$ (en el que Y representa un grupo polialquileno de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado), que se deriva de un éster de ácido carbónico y/o un alcohol),

10 [9] procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [8], en el que el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano es un compuesto representado por la siguiente fórmula (6):



15 (en la que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, que se derivan de un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano, y cada R^2 representa de forma independiente un grupo hidrocarbonado lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo $Y-CH_2-$ (en el que Y representa un grupo polialquileno de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado), que se deriva de un éster de ácido carbónico y/o un alcohol),

20 [10] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [9], en el que el compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano son compuestos preparados según un procedimiento que comprende:

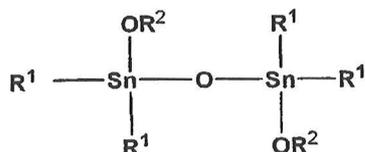
25 una etapa (1) de hacer reaccionar una composición de alquil estaño, que contiene un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y un compuesto alcóxido de trialquil estaño, que se producen por una reacción de desproporción, como mínimo, de un compuesto de alcóxido de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces $\text{Sn}-R^1$ y dos enlaces $\text{Sn}-OR^2$ y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano que tiene un enlace $\text{Sn}-O-\text{Sn}$, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces $\text{Sn}-R^1$ y un enlace $\text{Sn}-OR^2$, (en el que el número dos grupos R^1 unidos al estaño se desproporcionan entre dos moléculas, en el caso de un compuesto de alcóxido de dialquil estaño, o se desproporciona intramolecularmente y/o intermolecularmente en el caso de un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, con el fin de convertir a un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño, que tiene un enlace $\text{Sn}-R^1$ y un compuesto de alcóxido de trialquil estaño, que tiene tres enlaces $\text{Sn}-R^1$) con un ácido representado por la fórmula general HOX (ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) y/o un anhídrido de ácido representado por la fórmula general XOX (en la que OX representa un grupo en el que HOX , que es un ácido conjugado de OX , es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), a fin de producir una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que tienen un grupo (grupo OX), que se deriva del ácido y/o anhídrido de ácido; y una etapa (2) de llevar a cabo una reacción de redistribución de grupos alquilo mediante tratamiento térmico de la mezcla de los compuestos orgánicos de estaño obtenida en la etapa (1), a fin de obtener a partir del compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y el compuesto de alcóxido trialquil estaño en la composición de alquil estaño, como mínimo, un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende:

45 i) un compuesto de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, teniendo el átomo de estaño dos enlaces $\text{Sn}-R^1$ (en el que R^1 representa un grupo alquilo), y dos enlaces $\text{Sn}-\text{OX}$ (en el que OX es un grupo en el que HOX , que es un ácido conjugado de OX , es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), y
 ii) un compuesto de tetraalquil diestanoxano que tiene un enlace $\text{Sn}-O-\text{Sn}$, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces $\text{Sn}-R^1$ y un enlace $\text{Sn}-\text{OX}$ (en el que OX es un grupo en el que HOX , que es un ácido conjugado de OX , es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), siempre que, R^1 , que se une directamente al compuesto de dialquil estaño, el compuesto de tetraalquil diestanoxano, el compuesto dialcóxido de dialquil estaño, el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, el compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y el alcóxido de trialquil estaño, es el mismo grupo alquilo,

55 [11] el procedimiento, según el punto [10], en el que la composición de alquil estaño es una composición de alquil estaño formada durante la preparación del éster de ácido carbónico obtenido llevando a cabo secuencialmente: una etapa (a) de obtener un líquido de reacción, que contiene un éster de ácido carbónico y el tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la siguiente fórmula general (8) y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono, haciendo reaccionar el dialcóxido de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula general (7) y dióxido de carbono:



(en la que
 cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y
 cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquileno de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado));



(8)

(en la que
 R¹ representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y
 R² representa un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo alquil polialquileno, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado));

una etapa (b) de obtener un líquido residual, que contiene el tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono, mediante la separación del éster de ácido carbónico del líquido de reacción por destilación; y

una etapa (c) de hacer reaccionar el líquido residual con un alcohol representado por la siguiente fórmula general (9), a fin de eliminar el agua formada como subproducto, para regenerar el dialcóxido de dialquil estaño, y utilizar el dialcóxido de dialquil estaño como el dialcóxido de dialquil estaño de la etapa (a):



(en la que
 W representa grupos hidrocarbonados lineales o ramificados, saturados o insaturados, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquileno de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado)),

[12] el procedimiento, según el punto [11], en el que la etapa de llevar a cabo el procedimiento, según la reivindicación 10, para la regeneración del dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano a partir de la composición de alquil estaño formada durante la preparación del éster de ácido carbónico, se lleva a cabo después de la etapa (b) y/o la etapa (c), según el punto 11, y utiliza el dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano regenerado como el dialcóxido de dialquil estaño de la etapa (a), y como la materia prima de la etapa (c) mediante la mezcla con el líquido residual de la etapa (b),

[13] un procedimiento para preparar un éster de ácido carbónico, que comprende las siguientes etapas (A) a (B) adicionales al procedimiento según el punto [1]:

etapa (A): obtener un líquido de reacción, que contiene un éster de ácido carbónico y un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono, haciendo reaccionar el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, según el punto 1, con dióxido de carbono; y

etapa (B): obtener un líquido residual que contiene un tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono, mediante la separación del éster de ácido carbónico del líquido de reacción por destilación,

[14] un procedimiento para preparar éster de ácido carbónico, que comprende, además, una etapa (C) siguiente en el procedimiento según el punto [13], y que utiliza un compuesto de alquil estaño preparado en la etapa (C) como el compuesto de alquil estaño, según el punto [1]:

etapa (C): preparar, como mínimo, un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende i) y ii) siguientes, haciendo reaccionar el líquido residual de la etapa (B) con un ácido representado por la fórmula general HOX (ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) y/o un anhídrido de ácido representado por la fórmula general XOX (en la que OX representa un grupo, en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8);

i) un compuesto de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces Sn-R¹ (en el que R¹ representa un grupo alquilo), y dos enlaces Sn-OX (en el que OX es un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8); y

ii) un compuesto de tetraalquil diestanoxano que tiene un enlace Sn-O-Sn, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces Sn-R¹ y un enlace Sn-OX (en el que OX es un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8),

5 [15] el procedimiento, según el punto [1], en el que el compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano son compuestos preparados según un procedimiento que comprende:

una etapa (I) de hacer reaccionar un dióxido de dialquil estaño, representado por la siguiente fórmula general (10), con dióxido de carbono, a fin de obtener un líquido de reacción, que contiene éster de ácido carbónico y un tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la siguiente fórmula general (11) y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono;



(en la que

15 cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y

20 cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquileo de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileo cíclico saturado o insaturado));



(en la que

25 cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y

30 cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquileo de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileo cíclico saturado o insaturado));

una etapa (II) de separación del éster de ácido carbónico del líquido de reacción por destilación, a fin de obtener un líquido residual que contiene el tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono; y

35 una etapa (III) de hacer reaccionar el líquido residual de la etapa (II) con un ácido representado por la fórmula general HOX (ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) y/o anhídrido de ácido representado por la fórmula general de XOX (en la que OX representa un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), a fin de producir un compuesto que tiene un grupo (grupo OX), que se

40 deriva del ácido y/o el anhídrido de ácido, y que es un compuesto de dialcoxi estaño representado por la siguiente fórmula general (12) y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano representado por la siguiente fórmula general (13):

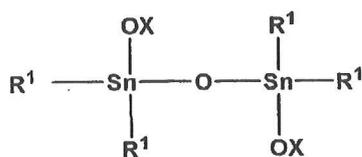


45 (en la que

cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno, y

50 OX representa un grupo OX en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8);



(13)

(en la que

cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno, y

OX representa un grupo OX en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8),

[16] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [15], en el que el grupo alquilo R¹ representa un grupo alquilo lineal que tiene de 1 a 8 átomos de carbono,

[17] el procedimiento, según el punto [16], en el que el grupo alquilo R¹ representa un grupo n-butilo o un grupo n-octilo,

[18] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [10], [14] y [15], en el que el ácido HOX representa un ácido carboxílico,

[19] el procedimiento, según el punto [18], en el que el ácido carboxílico se selecciona del grupo que comprende ácido acético, ácido propiónico y ácido maleico,

[20] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [10], [14] y [15], en el que el anhídrido de ácido XOX representa un anhídrido de ácido seleccionado del grupo que comprende anhídrido acético, anhídrido propiónico y anhídrido maleico.

Efectos ventajosos de la presente invención

Según la presente invención, el compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano se pueden convertir fácilmente en el compuesto de alcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, sin que implique la manipulación de compuestos de estaño sólidos. El compuesto de alcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano se pueden utilizar como catalizadores para la preparación de ésteres de ácido carbónico. Además, dado que los componentes útiles en forma de compuestos de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuestos de tetraalquil dialcoxi diestanoxano se pueden preparar a partir de compuestos de alcóxido de monoalquil estaño y compuestos de alcóxido de tetraalquil estaño, formados por una reacción de desproporción de grupos alquilo del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano utilizados para preparar éster de ácido carbónico, y estos compuestos útiles pueden ser reutilizados para preparar ésteres de ácido carbónico, la presente invención es muy útil en sectores industriales.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 muestra un diagrama de flujo para explicar un proceso de regeneración de un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y un compuesto de alcóxido de trialquil estaño formado por una reacción de desproporción de grupos alquilo de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano como un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano en la presente realización;

La figura 2 muestra un diagrama de flujo para explicar un procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico mejorado, que combina un procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico y un procedimiento de preparación de un compuesto de dialquil estaño, según la presente invención;

La figura 3 muestra un diagrama de flujo para explicar un procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico que combina las etapas (A) a (C) con la etapa (Z) en la presente invención;

La figura 4 muestra un diagrama de flujo para explicar un procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico que combina las etapas (I) a (III) con una etapa (Z) en la presente invención;

La figura 5 muestra un dibujo esquemático que representa un aparato de producción de éster de ácido carbónico según un ejemplo;

La figura 6 muestra un dibujo esquemático que representa un aparato de producción de dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano según un ejemplo;

La figura 7 muestra un dibujo esquemático que representa un aparato de producción de éster de ácido carbónico y dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano según un ejemplo; y

5 La figura 8 muestra un dibujo esquemático que representa un aparato de producción de éster de ácido carbónico y dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano según un ejemplo.

Descripción detallada de la invención

10 A continuación, se facilita una explicación detallada de realizaciones preferentes de la presente invención (referidas como las presentes realizaciones). Además, la presente invención no se limita a las siguientes realizaciones, sino que más bien se pueden llevar a cabo sin apartarse del espíritu y alcance de la misma.

15 El procedimiento de la presente invención da a conocer: un procedimiento para preparar un compuesto representado por XOR^2 ;

un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces $Sn-R^1$ y dos enlaces $Sn-OR^2$, y/o

un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano que tiene un enlace $Sn-O-Sn$, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano tiene dos enlaces $Sn-R^1$ y un enlace $Sn-OR^2$,

20 que comprende hacer reaccionar en ausencia de un catalizador, como mínimo, un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende i) y ii) a continuación:

i) un compuesto de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces $Sn-R^1$ (en el que R^1 representa un grupo alquilo), y dos enlaces $Sn-OX$ (en el que OX es un grupo en el que HOX , que es un conjugado ácido de OX , es un ácido de Bronsted que tiene un pK_a de 0 a 6,8); y

25 ii) un compuesto de tetraalquil diestanoxano que tiene un enlace $Sn-O-Sn$, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces $Sn-R^1$ y un enlace $Sn-OX$ (en el que OX es un grupo en el que HOX , que es un ácido conjugado de OX , es un ácido de Bronsted que tiene un pK_a de 0 a 6,8); y

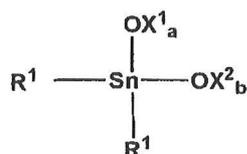
un éster de ácido carbónico representado por R^2OCOOR^2 (en el que R^2 representa un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo $Y-CH_2$ (en el que Y representa un grupo polialquileno alquilo, un grupo aromático o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado)), y/o

30 un alcohol representado por R^2OH (en el que R^2 es tal como se definió anteriormente),

<Compuesto de dialquil estaño>

35 En primer lugar, se facilita una explicación del compuesto de dialquil estaño perteneciente a i).

El compuesto de dialquil estaño es un compuesto representado por la siguiente fórmula (14):



(14)

40 (en la que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

45 O representa un átomo de oxígeno, OX^1 y OX^2 son OX^1 y OX^2 en los que los ácidos conjugados de OX^1 y OX^2 en forma de HOX^1 y HOX^2 son ácidos de Bronsted que tienen un pK_a de 0 a 6,8, y

a y b son números enteros de 0 a 2, respectivamente, y $a + b = 2$).

50 Ejemplos de R^1 en la fórmula (14) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos de hidrocarburos alifáticos, en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 12, tal como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros); nonilo (incluyendo isómeros), decilo (incluyendo isómeros) o dodecil (incluyendo isómeros). Ejemplos preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 8. Aunque se puede utilizar un compuesto de dialquil estaño en el los grupos son grupos alquilo en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos está fuera del intervalo indicado, la fluidez puede ser mala y la productividad puede verse afectada. Los grupos alquilo son más preferentemente grupos n-butilo o grupos n-octil en consideración de la

60 facilidad de adquisición durante la producción industrial.

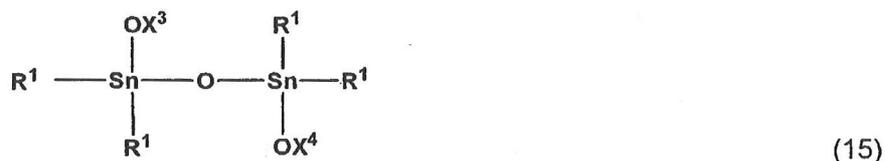
Aunque no hay limitaciones en particular sobre OX^1 y OX^2 en la fórmula (14) con la condición de que sus ácidos conjugados en forma de HOX^1 y HOX^2 sean ácidos de Bronsted y el pKa de los ácidos conjugados es de 0 a 6,8, estos son preferentemente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado del grupo que comprende grupos aciloxilo y grupos ariloxi, y el pKa de los ácidos conjugados de los mismos es de 0 a 6,8. Más preferentemente, OX^1 y OX^2 son grupos en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado entre números enteros de 0 a 12. Ejemplos específicos de dichos grupos pueden incluir grupos aciloxilo compuestos de un grupo alquilo saturado lineal o ramificado, un grupo carbonilo y un átomo de oxígeno, tales como un grupo acetoxi, grupo propionilo, grupo butirilo, grupo valerilo o grupo lauroilo, y grupos ariloxi tales como un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo propilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo butilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metiletilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilpentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetiletilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metiletilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metildimetilfenoxi (incluyendo isómeros) o un grupo trietilfenoxi (incluyendo isómeros).

Ejemplos específicos de compuestos de dialquil estaño representados por la fórmula (14) pueden incluir compuestos de dialquil-diaciloxi estaño tales como dimetil-diacetoxi estaño, dimetil-dipropionilo estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dibutirilo estaño (incluyendo isómeros), dimetil-valerilo estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dilauroilo estaño (incluyendo isómeros), dibutil-acetoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dipropionilo estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dibutirilo estaño (incluyendo isómeros), dibutil-divalerilo estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dilauroilo estaño (incluyendo isómeros), dioctil-diacetoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dipropionilo estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butirilo estaño (incluyendo isómeros), dioctil-divalerilo estaño (incluyendo isómeros) o dioctil-dilauroilo estaño (incluyendo isómeros); y, compuestos de alquil-diariloxi estaño tales como dimetil-difenoxi estaño, dimetil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil di(propilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(butilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(pentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(hexilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metilpentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(dipropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(trimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dimetiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dietilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dimetilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metiletilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etildimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-difenoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(propilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(butilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(pentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(hexilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilpentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(dipropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(trimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metiletilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etildimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-difenoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(propilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(butilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(pentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(hexilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), diocti-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilpentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(dipropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metiletilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etildimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros) o dioctil di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros).

<Compuesto de tetraalquil diestanoxano>

A continuación, se facilita una explicación del compuesto de tetraalquil diestanoxano perteneciente a ii).

El compuesto de tetraalquil diestanoxano es un compuesto representado por la siguiente fórmula (15):



5 (en la que
 cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de
 carbono,
 O representa un átomo de oxígeno, y
 OX³ y OX⁴ son OX³ y OX⁴ en los que ácidos conjugados de OX³ y OX⁴ en forma de HOX³ y HOX⁴ son ácidos de
 10 Bronsted que tienen un pKa de 0 a 6,8).

Ejemplos de R¹ en la fórmula (15) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos en los
 que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado entre un número
 entero de 1 a 12, tal como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo
 15 (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros),
 nonilo (incluyendo isómeros), decilo (incluyendo isómeros) o dodecil (incluyendo isómeros). Ejemplos preferentes
 de los mismos pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que
 constituyen los grupos es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 8. Aunque se puede utilizar un
 compuesto de tetraalquil diestanoxano en el que los grupos son grupos alquilo en los que el número de átomos de
 20 carbono que constituyen los grupos está fuera del intervalo indicado, la fluidez puede ser mala y la productividad
 puede verse afectada. Los grupos alquilo son más preferentemente grupos n-butilo o grupos n-octilo en
 consideración de la facilidad de adquisición durante la producción industrial.

Aunque no existen limitaciones en particular sobre OX³ y OX⁴ en la fórmula (15), con la condición de que sus ácidos
 25 conjugados en forma de HOX³ y HOX⁴ sean ácidos de Bronsted y el pKa de los ácidos conjugados es de 0 a 6,8,
 estos son preferentemente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado del grupo que comprende grupos
 aciloxilo y grupos ariloxi, y el pKa de los ácidos conjugados de los mismos es de 0 a 6,8. Más preferentemente, OX¹
 y OX² son grupos en los que el número de átomos de carbono que consituye los grupos es un número seleccionado
 entre números enteros de 0 a 12. Ejemplos específicos de dichos grupos pueden incluir grupos aciloxilo compuestos
 30 de un grupo alquilo saturado lineal o ramificado, un grupo carbonilo y un átomo de oxígeno, tales como un grupo
 acetoxi, un grupo propioniloxi, un grupo butiriloxi, un grupo valeriloxi o un grupo lauroiloxi; y grupos ariloxi, tales
 como un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilfenoxi (incluyendo isómeros), un
 grupo propilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo butilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenoxi
 35 (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un
 grupo metiletilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo
 metilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilpentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenoxi
 (incluyendo isómeros), un grupo etilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etibutilfenoxi (incluyendo isómeros),
 un grupo dipropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo
 40 dimetiletilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilbutilfenoxi
 (incluyendo isómeros), un grupo metiletilpropilfenoxi, un grupo metildimetilfenoxi o un grupo trietilfenoxi (incluyendo
 isómeros).

Ejemplos específicos de compuestos representados por la fórmula (15) puede incluir 1,1,3,3 tetraalquil-1,3-diaciloxi
 diestanoxanos tales como 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diacetoxi diestanoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropioniloxi
 45 diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutiriloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3 -
 tetrametil-1,3-divaleriloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dilauroiloxi diestanoxano
 (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-diacetoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-
 dipropioniloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiriloxi diestanoxano (incluyendo
 isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-divaleriloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dilauroiloxi
 50 diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diacetoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-
 tetraoctil-1,3-dipropioniloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutiriloxi diestanoxano
 (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-divaleriloxi diestanoxano (incluyendo isómeros) o 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-
 dilauroiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), y 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-diariloxi diestanoxanos tales como 1,1,3,3-
 tetrametil-1,3-difenoxi diestanoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros),
 55 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(propilfenoxi)
 diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(butilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros),
 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(pentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(hexilfenoxi)
 diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros),
 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-
 60 di(metilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilbutilfenoxi) diestanoxano
 (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilpentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-

tetrametil-1,3-bis(dietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(etilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(etilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(dipropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(trimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dimetiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros),
 5 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dimetilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dimetilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metiletilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(etildimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(trietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-difenoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(propilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(pentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(hexilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis (dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(metiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(metilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di (metilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(metilpentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(dietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(etilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(etilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(dipropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(trimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(dimetiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(dimetilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(dimetilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(metiletilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(etildimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(trietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-difenoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(propilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(butilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(pentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(hexilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilpentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(dipropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(trimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis (dimetilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metiletilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etildimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros) o 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(trietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros).

En general, los compuestos orgánicos de estaño adoptan fácilmente una estructura asociada. Por ejemplo, se sabe que los dialcóxidos de dialquil estaño forman una estructura de dímero, mientras que se sabe que los tetraalquil dialcoxi diestanoxanos existen formando estructuras de escaler, en la que están asociadas dos o tres moléculas. Incluso en los casos en los que dichos estados asociados cambian, es común entre los expertos en la materia expresar estos compuestos en términos de su estructura monomérica.

<Éster de ácido carbónico>

No existen limitaciones en particular para el éster de ácido carbónico utilizado en la presente invención, y se utilizan preferentemente ésteres de ácido carbónico representados por la siguiente fórmula (16).



(en la que cada R^2 representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo $Y-CH_2-$ (en el que Y representa un grupo polialquileo de alquilo, un grupo aromático o un grupo éter de alquileo cíclico saturado o insaturado)).

En los ésteres de ácido carbónico representados por la fórmula (16), aunque R^2 puede ser un grupo hidrocarburo alifático o un grupo hidrocarburo aromático, ya que una menor acidez de un compuesto de hidroxilo que tiene la estructura R^2OH , en el que un grupo OH está unido a un grupo R^2 que constituye el éster de ácido carbónico, facilita la eliminación como R^2OX , entre los R^2 mencionados anteriormente, son preferentes aquellos en los que el carbono unido al oxígeno tiene una estructura de metilo o metileno. Ejemplos de dichos R^2 pueden incluir grupos alquilo tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (incluyendo isómeros), un grupo butilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilo (incluyendo

isómeros), un grupo octilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilo (incluyendo isómeros), un grupo decilo (incluyendo isómeros), un grupo dodecilo (incluyendo isómeros), un grupo hexadecilo (incluyendo isómeros) o un grupo octadecilo (incluyendo isómeros); grupos cicloalquilo tales como un grupo ciclopentilo, un grupo ciclohexilo, un grupo cicloheptilo, un grupo ciclooctilo (incluyendo isómeros), un grupo metil-ciclopentilo, un grupo metil-ciclohexilo, un grupo metil-cicloheptilo, un grupo metil-ciclooctilo, un grupo etilciclopentilo, un grupo etilciclohexilo, un grupo etilcicloheptilo, un grupo etilciclooctilo (incluyendo isómeros), un grupo propilciclopentilo, un grupo propilciclohexilo, un grupo propilcicloheptilo, un grupo propilciclooctilo (incluyendo isómeros), un grupo ciclopentilmetilo, un grupo ciclohexilmetilo, un grupo cicloheptilmetilo, un grupo ciclooctilmetilo (incluyendo isómeros), un grupo ciclopentiletilo, un grupo ciclohexiletilo, un grupo cicloheptiletilo, un grupo ciclooctiletilo (incluyendo isómeros), un grupo ciclopentilpropilo, un grupo ciclohexilpropilo, un grupo cicloheptilpropilo o un grupo ciclooctilpropilo (incluyendo isómeros); grupos hidrocarbonados que tienen un sustituyente hidrocarburo cíclico tales como un grupo ciclopentilmetilo, un grupo ciclopentiletilo, un grupo ciclohexilmetilo o un grupo ciclohexiletilo; grupos hidrocarbonados aril-sustituidos tales como un grupo fenilmetilo, un grupo feniletilo, un grupo tolimetilo, un grupo toliletilo (incluyendo isómeros), un grupo xililmetilo (incluyendo isómeros) o un grupo xililetilo (incluyendo isómeros); y, grupos polioxialquilenos tales como un grupo metoximetilo, un grupo metoxietilo, un grupo metoxipropilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxibutilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxipentilo (incluyendo isómeros), un grupo metoxihexilo (incluyendo isómeros), un grupo etoximetilo, un grupo etoxietilo, un grupo etoxipropilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxibutilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxipentilo (incluyendo isómeros), un grupo etoxihexilo (incluyendo isómeros) o un grupo polioxietileno. Entre ellos, en consideración a la fluidez y la separación después de la reacción, es más preferente que el éster de ácido carbónico sea un éster de ácido carbónico en el que R^2 en la fórmula (16) tiene de 1 a 8 átomos de carbono. Entre los hidrocarburos, son más preferentes los ésteres de ácido carbónico en los que R^2 es un grupo seleccionado entre grupos alquilo y grupos cicloalquilo. Ejemplos específicos de ésteres de ácido carbónico representado por la fórmula (16) pueden incluir carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo (incluyendo isómeros), carbonato de dibutilo (incluyendo isómeros), carbonato de dipentilo (incluyendo isómeros), carbonato de dihexilo (incluyendo isómeros), carbonato de diheptilo (incluyendo isómeros) y carbonato de dioctilo (incluyendo isómeros).

<Alcohol>

No existen limitaciones en particular para el alcohol utilizado en la presente invención, y es un alcohol representado por la siguiente fórmula (17).



(en la que R^2 es el mismo tal como se definió anteriormente para R^2 en la fórmula (16)).

En el alcohol representado por la fórmula (17), aunque R^2 puede ser un grupo hidrocarburo alifático o un grupo hidrocarburo aromático, los alcoholes en los que R^2 es un grupo seleccionado entre grupos alquilo y grupos cicloalquilo son preferentes. Ejemplos de dichos R^2 pueden incluir grupos alquilo tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (incluyendo isómeros), un grupo butilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilo (incluyendo isómeros), un grupo octilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilo (incluyendo isómeros), un grupo decilo (incluyendo isómeros), un grupo dodecilo (incluyendo isómeros), un grupo hexadecilo (incluyendo isómeros) o un grupo octadecilo (incluyendo isómeros); grupos cicloalquilo tales como un grupo ciclopentilo, un grupo ciclohexilo, un grupo cicloheptilo, un grupo ciclooctilo (incluyendo isómeros), un grupo metil-ciclopentilo, un grupo metil-ciclohexilo, un grupo metil-cicloheptilo, un grupo metil-ciclooctilo (incluyendo isómeros), un grupo etilciclopentilo, un grupo etilciclohexilo, un grupo etilcicloheptilo, un grupo etilciclooctilo (incluyendo isómeros), un grupo propilciclopentilo, un grupo propilciclohexilo, un grupo propilcicloheptilo, un grupo propilciclooctilo (incluyendo isómeros), un grupo ciclopentilmetilo, un grupo ciclohexilmetilo, un grupo cicloheptilmetilo, un grupo ciclooctilmetilo (incluyendo isómeros), un grupo ciclopentiletilo, un grupo ciclohexiletilo, un grupo cicloheptiletilo, un grupo ciclooctiletilo (incluyendo isómeros), un grupo ciclopentilpropilo, un grupo ciclohexilpropilo, un grupo cicloheptilpropilo o un grupo ciclooctilpropilo (incluyendo isómeros). Entre éstos, son más preferentes los alcoholes en los que R^2 en la fórmula (17) es un grupo alquilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono. Ejemplos específicos de dichos alcoholes pueden incluir metanol, etanol, alcohol propílico (incluyendo isómeros), alcohol butílico (incluyendo isómeros), alcohol pentílico (incluyendo isómeros), alcohol hexílico (incluyendo isómeros), alcohol heptílico (incluyendo isómeros) y alcohol octílico (incluyendo isómeros).

Además, los alcoholes representados por la siguiente fórmula (18) se utilizan en un aspecto diferente de la presente realización:



(en la que

W representa un grupo hidrocarbonado lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂ (en el que Y representa un grupo polialquileno de alquilo, un grupo aromático o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado)).

5 No hay restricciones sobre el alcohol representado por la fórmula (18), y se pueden utilizar los alcoholes representados por la fórmula (17) mencionada anteriormente (17). Los alcoholes enumerados como ejemplos preferentes en la fórmula (17) también se puede usar preferentemente como ejemplos preferentes de alcoholes representados por la fórmula (18). Aunque se describe posteriormente, los alcoholes que tienen un punto de ebullición a presión normal mayor que el del agua son más preferentes para facilitar la separación de agua, y
10 ejemplos de dichos alcoholes pueden incluir n-butanol, 3-metilpropanol, alcohol pentílico (incluyendo isómeros), alcohol hexílico (incluyendo isómeros), alcohol heptílico (incluyendo isómeros) y alcohol octílico (incluyendo isómeros).

15 <Reacción entre un compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano y éster de ácido carbónico>

A continuación, se facilita una explicación de la reacción entre un compuesto dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano y éster de ácido carbónico en la presente realización.

20 En la reacción entre un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano y éster de ácido carbónico, la relación de composición de estos compuestos es tal que la relación estequiométrica del compuesto de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil diestanoxano con respecto al éster de ácido carbónico es preferentemente de 1:0,1 a 1:100. Aunque es preferente utilizar un exceso de éster de ácido carbónico para aumentar la velocidad de reacción y completar la reacción con rapidez, ya que el reactor se hace excesivamente grande si se utiliza una cantidad excesivamente grande de éster de ácido carbónico, la reacción se lleva a cabo a
25 una relación de composición preferentemente en el intervalo de 1:0,3 a 1:50 y más preferentemente de 1:1 a 1:30.

Aunque varía según los tipos y la relación de composición de los reactivos utilizados, la temperatura de reacción está preferentemente dentro del intervalo de 20 a 250°C. Aunque la reacción se lleva a cabo preferentemente a una
30 temperatura elevada para completar la reacción con rapidez, si la temperatura es excesivamente alta, puede ocurrir una reacción de desnaturalización térmica y similares de los materiales de partida de la reacción en forma del compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano, y/o los productos de reacción en forma del compuesto de dialcoxi de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, y puesto que esto puede provocar una disminución en el rendimiento del compuesto objetivo en la reacción, la temperatura de reacción
35 esta más preferentemente dentro del intervalo de 30 a 230°C, e incluso más preferentemente dentro del intervalo de 50 a 200°C. Además, la reacción no requiere la utilización de un catalizador.

Aunque no es necesaria la utilización de un disolvente en la reacción, se puede utilizar un disolvente con el fin de mejorar la fluidez o facilitar el proceso de la reacción. Se puede utilizar cualquier disolvente con la condición de que
40 no reaccione con los materiales de partida de la reacción en forma del compuesto de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil diestanoxano y el éster de ácido carbónico, o con los productos de la reacción en forma del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano. Ejemplos de dichos disolventes pueden incluir hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 5 a 16 átomos de carbono, éteres compuestos de hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono, e
45 hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 1 a 16 átomos de carbono. Más específicamente, se pueden utilizar hidrocarburos lineales o cíclicos seleccionados entre pentano (incluyendo isómeros), hexano (incluyendo isómeros), heptano (incluyendo isómeros), octano (incluyendo isómeros), nonano (incluyendo isómeros), decano (incluyendo isómeros), hexadecano (incluyendo isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (incluyendo isómeros) o etilbenceno; éteres seleccionados entre éter dietílico, éter dipropílico (incluyendo isómeros), éter de dibutilo (incluyendo isómeros), dihexil éter (incluyendo isómeros), éter de dioctilo (incluyendo isómeros) y difenil éter (incluyendo isómeros); o hidrocarburos halogenados seleccionados entre cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano y diclorobenceno (incluyendo isómeros). Además, en el caso de utilizar un exceso de éster de ácido carbónico en esta
50 reacción, el exceso de éster de ácido carbónico también se puede utilizar como disolvente. Estos disolventes
55 pueden utilizarse solos o se pueden utilizar dos o más tipos como una mezcla.

Aunque no se requiere que se añadan otros aditivos además del disolvente, se pueden añadir aditivos con el fin de ajustar la fluidez o ajustar de la velocidad de reacción. Se pueden añadir aditivos sin limitación, siempre que no tenga un efecto perjudicial sobre la reacción. Ejemplos de dichos aditivos pueden incluir compuestos de ácido de Lewis y compuestos de bases de Lewis. Ejemplos de estos compuestos pueden incluir SnF₂ y SnBr₂.

No existen limitaciones en particular sobre la presión a la que se lleva a cabo la reacción, y aunque la reacción se puede llevar a cabo en condiciones de presión reducida, presión atmosférica o a presión incrementada, en el caso de llevar a cabo la reacción a la vez que se eliminan la totalidad o una parte de los productos de la reacción en
65 forma del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, y/o un compuesto representado por XOR² que se describirá posteriormente del sistema de reacción, la reacción se lleva a

5 cabo preferentemente bajo una presión reducida. En el caso de llevar a cabo la reacción bajo una presión reducida, la reacción se lleva a cabo a una presión preferentemente en el intervalo de 10 Pa a 1 MPa y más preferentemente en el intervalo de 1 kPa a 0,5 MPa. Además, la reacción se lleva a cabo preferentemente en una atmósfera de gas inerte tal como argón, neón o nitrógeno, y estos gases inertes se utilizan preferentemente después de haber secado con una columna de deshidratación y similares.

10 Aunque el tiempo de reacción durante el cual se lleva a cabo la reacción (tiempo de residencia en el caso de un proceso continuo) varía según los compuestos y el reactor utilizado en la reacción, la temperatura y la presión, y no existen limitaciones en particular del mismo, la reacción se puede llevar a cabo preferentemente durante 0,01 a 30 horas y más preferentemente durante 0,1 a 20 horas. Además, la reacción puede terminarse después de haber confirmado la formación de una cantidad deseada del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano. La progresión de la reacción se puede confirmar tomando una muestra del líquido de reacción en el reactor, y confirmar la cantidad del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano formado mediante el análisis utilizando un método tal como ^{119}Sn -RMN o cromatografía de gases. Por ejemplo, la reacción se puede terminar una vez que se haya formado un 10% o más del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano en base al número de moles del compuesto de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil diestanoxano, o la reacción se puede terminar después de continuar hasta que el valor alcanza un 90% o más.

20 Además, aunque el compuesto representado por la fórmula XOR^2 , que se describiera más adelante también se forma en la reacción entre el compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano y el éster de ácido carbónico $\text{R}^2\text{OCCOOR}^2$, la reacción también se puede terminar después de confirmar la formación de las cantidades deseadas de estos compuestos mediante la cuantificación de las cantidades de los mismos mediante un método conocido tal como cromatografía de gases o cromatografía de líquidos.

25 No existen limitaciones en particular para el reactor utilizado para cada reacción de la presente realización, y se puede utilizar un reactor conocido. Por ejemplo, los reactores convencionales pueden combinarse adecuadamente para su utilización, ejemplos de los cuales pueden incluir un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un reactor de columna, una columna de destilación, una columna rellena y un destilador de película fina. No existen limitaciones en particular para el material del reactor, y se puede utilizar un material conocido. Por ejemplo, se puede utilizar un reactor hecho de vidrio, acero inoxidable, acero al carbono o Hastelloy, o un reactor hecho de un material de base provisto de un revestimiento de vidrio o un reactor con revestimiento de Teflón™. Puesto que hay casos en los que la corrosión por ácido puede ser prominente en función de la etapa y de las condiciones, en dichos casos, se puede seleccionar de forma adecuada un reactor hecho de vidrio, que tiene un revestimiento de vidrio, que está provisto de un revestimiento de Teflón™ o de Hastelloy.

<Reacción entre un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano y alcohol>

40 A continuación, se facilita una explicación de la reacción entre un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano y un alcohol.

45 En la reacción entre un compuesto dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano y alcohol, la relación de composición de estos compuestos es tal que la relación estequiométrica del compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano con respecto al alcohol es preferentemente de 1:0,1 a 1:100. Aunque es preferente utilizar un exceso de alcohol para aumentar la velocidad de reacción y completar la reacción con rapidez, ya que el reactor se hace excesivamente grande si se utiliza una cantidad excesivamente grande de alcohol, la reacción se lleva a cabo a una relación de composición preferentemente en el intervalo de 1:0,3 a 1:50 y más preferentemente de 1:1 a 1:30.

50 Aunque varía según los tipos y la relación de composición de los reactivos utilizados, la temperatura de reacción se encuentra preferentemente en el intervalo de 20 a 250°C. Aunque la reacción se lleva a cabo preferentemente a una temperatura elevada para completar la reacción con rapidez, si la temperatura es excesivamente alta, puede ocurrir una reacción de desnaturalización térmica y similares de los materiales de partida de la reacción en forma del compuesto dialquil estaño y/o del compuesto de tetraalquil diestanoxano, y/o los productos de reacción en forma del compuesto de dialcoxi dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, y puesto que esto puede provocar una disminución en el rendimiento del compuesto objetivo en la reacción, la temperatura de reacción se encuentra más preferentemente en el intervalo de 30 a 230°C, e incluso más preferentemente en el intervalo de 50 a 200°C. Además, la reacción no requiere la utilización de un catalizador.

60 Aunque no se requiere la utilización de un disolvente en la reacción, se puede utilizar un disolvente con el fin de mejorar la fluidez o facilitar el procedimiento de reacción. Se puede utilizar cualquier disolvente siempre que no reaccione con los materiales de partida de la reacción en forma del compuesto dialquil estaño y/o del compuesto de tetraalquil diestanoxano y el éster de ácido carbónico, o con los productos de la reacción en forma del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano. Ejemplos de dichos disolventes pueden incluir hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen 5 a 16 átomos de carbono, éteres

5 compuestos de hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono, e hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 1 a 16 átomos de carbono. Más específicamente, se pueden utilizar hidrocarburos lineales o cíclicos seleccionados entre pentano (incluyendo isómeros), hexano (incluyendo isómeros), heptano (incluyendo isómeros), octano (incluyendo isómeros), nonano (incluyendo isómeros), decano (incluyendo isómeros), hexadecano (incluyendo isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (incluyendo isómeros) o etilbenceno; éteres seleccionados entre éter dietílico, éter dipropílico (incluyendo isómeros), éter de dibutilo (incluyendo isómeros), dihexil éter (incluyendo isómeros), éter de dioctilo (incluyendo isómeros) y difenil éter (incluyendo isómeros); o hidrocarburos halogenados seleccionados entre cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano y diclorobenceno (incluyendo isómeros). Además, en el caso de utilizar un exceso de alcohol en esta reacción, un exceso de alcohol se puede utilizar también como disolvente. Estos disolventes pueden utilizarse solos o se pueden utilizar dos o más tipos en forma de mezcla.

15 Aunque no se requieren otros aditivos para ser añadidos además del disolvente, se pueden añadir aditivos con el fin de ajustar la fluidez o ajustar la velocidad de reacción. Se pueden añadir aditivos sin limitación, siempre que no tenga un efecto perjudicial sobre la reacción. Ejemplos de dichos aditivos pueden incluir compuestos de ácido de Lewis y compuestos de bases de Lewis. Ejemplos de estos compuestos pueden incluir SnF_2 y SnBr_2 .

20 No existen limitaciones en particular sobre la presión a la que se lleva a cabo la reacción, y aunque la reacción se puede llevar a cabo en condiciones de presión reducida, una presión atmosférica o una presión incrementada, en el caso de llevar a cabo la reacción a la vez que se eliminan la totalidad o una parte de los productos de la reacción en forma del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, y/o un compuesto representado por XOR^2 que se describirá posteriormente del sistema de reacción, la reacción se lleva a cabo preferentemente bajo una presión reducida. En el caso de llevar a cabo la reacción bajo una presión reducida, la reacción se lleva a cabo a una presión preferentemente en el intervalo de 10 Pa a 1 MPa y más preferentemente en el intervalo de 1 kPa a 0,5 MPa. Además, la reacción se lleva a cabo preferentemente en una atmósfera de gas inerte tal como argón, neón o nitrógeno, y estos gases inertes se utilizan preferentemente después de haber secado con una columna de deshidratación y similares.

30 Aunque el tiempo de reacción durante el cual se lleva a cabo la reacción (tiempo de residencia en el caso de un proceso continuo) varía según los compuestos y el reactor utilizado en la reacción, la temperatura y la presión, y no existen limitaciones en particular del mismo, la reacción se puede llevar a cabo preferentemente durante 0,01 a 30 horas y más preferentemente durante 0,1 a 20 horas. Además, la reacción puede terminarse después de haber confirmado la formación de una cantidad deseada del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano. La progresión de la reacción se puede confirmar tomando una muestra del líquido de reacción en el reactor, y confirmando la cantidad del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano formado mediante el análisis, utilizando un método tal como ^{119}Sn -RMN o cromatografía de gases. Por ejemplo, la reacción se puede terminar una vez se haya formado un 10% o más del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano en base al número de moles del compuesto de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil diestanoxano, o la reacción se puede terminar después de continuar hasta que el valor alcanza un 90% o más.

45 Además, aunque el compuesto representado por la fórmula XOR^2 , que se describiera más adelante también se forma en la reacción entre el compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano y el alcohol R^2OH , la reacción también se puede terminar después de confirmar la formación de las cantidades deseadas de estos compuestos mediante la cuantificación de las cantidades de los mismos mediante un método conocido tal como cromatografía de gases o cromatografía de líquidos. Alternativamente, dado que también se forma agua como un subproducto por la reacción, además de el compuesto representado por XOR^2 , la reacción también se puede terminar mediante la confirmación de que se ha formado una cantidad de agua que es proporcional a la formación de una cantidad deseada de un compuesto objetivo mediante la cuantificación de la cantidad de agua formada usando un medidor de humedad Karl Fischer y similares.

55 No existen limitaciones en particular para el reactor utilizado para cada reacción de la presente realización, y se puede utilizar un reactor conocido. Por ejemplo, los reactores convencionales pueden combinarse adecuadamente para su utilización, ejemplos de los cuales pueden incluir un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un reactor de columna, una columna de destilación, una columna de relleno y una destilación de película fina. No existen limitaciones en particular sobre el material del reactor, y se puede utilizar un material conocido. Por ejemplo, se puede utilizar un reactor hecho de vidrio, acero inoxidable, acero al carbono o Hastelloy, o un reactor hecho de un material de base provisto de un revestimiento de vidrio o un reactor con revestimiento de Teflón™. Puesto que hay casos en los que la corrosión por ácido puede ser prominente en función de la etapa y de las condiciones, en dichos casos, se puede seleccionar de forma adecuada un reactor hecho de vidrio, que tiene un revestimiento de vidrio, que está provisto de un revestimiento de Teflón™ o de Hastelloy.

65 En la preparación del compuesto de dialcóxido dialquil estaño y/o compuesto tetraalquil dialcoxi diestanoxano tal como se ha indicado anteriormente, se pueden llevar a cabo o bien la reacción entre el compuesto de dialquil estaño

y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano y el éster de ácido carbónico, o la reacción entre el compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano y el alcohol, o se pueden llevar a cabo ambas reacciones simultáneamente.

5 <Compuesto de dialcóxido de dialquil estaño>

A continuación, se facilita una explicación del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño formado por el procedimiento de preparación descrito anteriormente.

10 El compuesto de dialcóxido de dialquil estaño es un compuesto que tiene un solo átomo de estaño, dos enlaces Sn-R¹ y dos enlaces Sn-OR², y está representado por la siguiente fórmula (19):



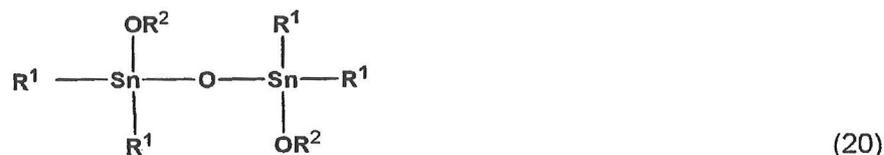
15 (en la que cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, que se derivan de un compuesto de dialquil estaño y/o de un compuesto de tetraalquil diestanoxano, y cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarbonado que se deriva de un éster de ácido carbónico y/o de un alcohol).

20 Ejemplos específicos de compuestos representados por la fórmula (19) pueden incluir dimetil-dimetoxi estaño, dimetil-dietoxi estaño, dimetil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-difenoxi estaño, dimetil-di (metilfenoxi) estaño, dimetil-di(etilfenoxi) estaño, dimetil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di (fenilmetoxi) estaño, dimetil-di(feniletoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metilfenilmetoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dimetoxi estaño, dibutil-dietoxi estaño, dibutil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-difenoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(fenilmetoxi) estaño, dibutil-di(feniletoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilfenilmetoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dimetoxi estaño, dioctil-dietoxi estaño, dioctil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-difenoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(fenilmetoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(feniletoxi) estaño (incluyendo isómeros) y dioctil-di(metilfenilmetoxi) estaño (incluyendo isómeros).

40 <Compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano>

A continuación se facilita una explicación del compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano formado mediante el procedimiento de preparación descrito anteriormente.

45 El compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano es un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano que tiene un enlace Sn-O-Sn, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano tiene dos enlaces Sn-R¹ y un enlace Sn-OR², y más específicamente, está representado por la siguiente fórmula (20):



50 (en la que cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, que se derivan de un compuesto de tetraalquil diestanoxano y/o un compuesto de dialquil estaño, y

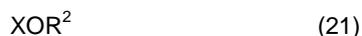
cada R^2 representa de forma independiente un grupo alquilo que se deriva de un éster de ácido carbónico y/o un alcohol).

Ejemplos específicos de compuestos representados por la fórmula (20) pueden incluir 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dietoxi diestanoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dihexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diheptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dioctiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(fenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(fenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(feniletoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilfenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dietoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipropoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dihexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-diheptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dioctiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(fenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(fenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(feniletoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(metilfenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dietoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipropoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dihexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diheptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dioctiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(fenoxi)-diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(fenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(feniletoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilfenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros).

Aunque se ha descrito anteriormente, en general los compuestos orgánicos de estaño adoptan fácilmente una estructura asociada. Por ejemplo, se sabe que los compuestos de dialcóxido de dialquil estaño forman una estructura de dímero, mientras que se sabe que los compuestos de tetraalquil dialcoxi diestanoxano existen formando estructuras de escalera, en la que están asociadas dos o tres moléculas. Incluso en los casos en que dichos estados asociados cambian, es común para los expertos en la materia expresar estos compuestos en términos de su estructura monomérica.

<Compuesto XOR^2 >

Además, en el procedimiento de preparación mencionado anteriormente, se forma un compuesto representado por la siguiente fórmula (21) además del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano.



(en la que

X representa un grupo que se deriva de un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano,
 R^2 representa un grupo alquilo que se deriva de un éster de ácido carbónico y/o un alcohol, y
 O representa un átomo de oxígeno).

En la fórmula (21) anterior, el grupo OX es un grupo que se deriva a partir del compuesto de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil diestanoxano utilizado en la reacción, y en el caso de haber utilizado un compuesto dialquil estaño representado por la fórmula (14) mencionada anteriormente, el grupo OX es un grupo que se deriva de un grupo OX^1 o grupo OX^2 , mientras que en el caso de haber utilizado un compuesto de tetraalquil diestanoxano representado por la fórmula (15) descrita anteriormente, el grupo OX es un grupo que se deriva de un grupo OX^3 o un grupo OX^4 .

Además, en la fórmula (21) anterior, el grupo R^2 es un grupo que se deriva de éster de ácido carbónico y/o el alcohol utilizado en la reacción, y en el caso de haber utilizado un éster carbónico representado por R^2OCOOR^2 , el grupo R^2 es un grupo que se deriva de el grupo R^2 que constituye el éster de ácido carbónico, mientras que en el caso de haber utilizado un alcohol representado por R^2OH , el grupo R^2 es un grupo que se deriva de el grupo R^2 que constituye el alcohol.

Más específicamente, en el caso de que el grupo OX es un grupo aciloxilo, el compuesto representado por la fórmula (21) es un compuesto de éster, y es equivalente a los compuestos tales como acetato de etilo, acetato de propilo (incluyendo isómeros), acetato de butilo (incluyendo isómeros), acetato de pentilo (incluyendo isómeros), acetato de hexilo (incluyendo isómeros), acetato de heptilo (incluyendo isómeros), acetato de octilo (incluyendo isómeros), propionato de etilo, propionato de propilo (incluyendo isómeros), propionato de butilo (incluyendo isómeros), propionato de pentilo (incluyendo isómeros), propionato de hexilo (incluyendo isómeros), propionato de heptilo (incluyendo isómeros), propionato de octilo (incluyendo isómeros), butirato de etilo, butirato de propilo (incluyendo isómeros), butirato de butilo (incluyendo isómeros), butirato de pentilo (incluyendo isómeros), butirato de hexilo (incluyendo isómeros), butirato de heptilo (incluyendo isómeros), butirato de octilo (incluyendo isómeros), valerato de etilo, valerato de propilo (incluyendo isómeros), valerato de butilo (incluyendo isómeros), valerato de pentilo (incluyendo isómeros), valerato de hexilo (incluyendo isómeros), valerato de heptilo (incluyendo isómeros), valerato de octilo (incluyendo isómeros), laurato de etilo, laurato de propilo (incluyendo isómeros), laurato de butilo (incluyendo isómeros), laurato de pentilo (incluyendo isómeros), laurato de hexilo (incluyendo isómeros), laurato de heptilo (incluidos isómeros) o laurato de octilo (incluyendo isómeros).

Un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano se puede preparar a partir de un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano, según el procedimiento indicado anteriormente. En ese momento, se puede preparar un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano deseados directamente mediante una reacción entre el compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano y un éster de ácido carbónico y/o alcohol, o un primer compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un primer compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano se pueden preparar haciendo reaccionar un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano con un primer éster de ácido carbónico y/o un primer alcohol, seguido por la preparación de un segundo compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o segundo compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano deseados, haciendo reaccionar el primer compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el primer compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano con un segundo éster de ácido carbónico y/o un segundo alcohol.

La explicación anterior ha descrito un procedimiento de la presente invención para preparar un compuesto representado por XOR² y un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano haciendo reaccionar un compuesto de alquil estaño con un éster de ácido carbónico y/o alcohol. Además, una etapa para llevar a cabo este procedimiento de preparación se define como la etapa (Z). Este procedimiento de preparación puede utilizarse preferentemente en un procedimiento de preparación de un éster de ácido carbónico utilizando el compuesto de dialcóxido de dialquil de estaño. A continuación, se facilita una explicación de un procedimiento de preparación de un éster de ácido carbónico que combina este procedimiento de preparación.

<Procedimiento de preparación de un compuesto de dialquil estaño/compuesto de tetraalquil diestanoxano>

Un procedimiento de preparación del compuesto de dialquil estaño y el compuesto de tetraalquil diestanoxano de la presente invención preferentemente utiliza un compuesto de dialquil estaño y un compuesto de tetraalquil diestanoxano preparado según un procedimiento que comprende una etapa (1) y una etapa (2), tal como se explica a continuación:

etapa (1): hacer reaccionar una composición de alquil estaño, que contiene un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y un compuesto de alcóxido de trialquilestaño formada en un grupo alquilo, que son preparados mediante una reacción de desproporción, como mínimo, de un compuesto de alcóxido de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces Sn-R¹ y dos enlaces Sn-OR² y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano que tiene un enlace Sn-O-Sn, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces Sn-R¹ y un enlace Sn-OR², (en el que el número de dos grupos R¹ unidos al estaño se desproporciona entre dos moléculas en el caso de un compuesto de alcóxido de dialquil estaño, o se desproporciona intramolecularmente y/o intermolecularmente en el caso de un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, con el fin de convertir a un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño que tiene un enlace Sn-R¹ y un compuesto de alcóxido de trialquil estaño que tiene tres enlaces Sn-R¹) con

un ácido representado por la fórmula general HOX (ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) y/o un anhídrido de ácido representado por la fórmula general XOX (en la que OX representa un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), a fin de producir una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que tienen un grupo (grupo OX), que se deriva a partir del ácido y/o el anhídrido de ácido; y

etapa (2): llevar a cabo una reacción de redistribución de grupos alquilo mediante tratamiento térmico de la mezcla de compuestos orgánicos de estaño obtenidos en la etapa (1), a fin de obtener a partir del compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y el compuesto de alcóxido de trialquil estaño en la composición de alquil estaño, como mínimo, un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende:

i) un compuesto de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, teniendo el átomo de estaño dos enlaces Sn-R¹ (en los que R¹ representa un grupo alquilo), y dos enlaces Sn-OX (en los que OX es un grupo en el que HOX, que es un conjugado de ácido de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), y

ii) un compuesto de tetraalquil diestanoxano que tiene un enlace Sn-O-Sn, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces Sn-R¹ y un enlace Sn-OX, (en el que OX es un grupo en el que HOX, que es un conjugado de ácido de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8).

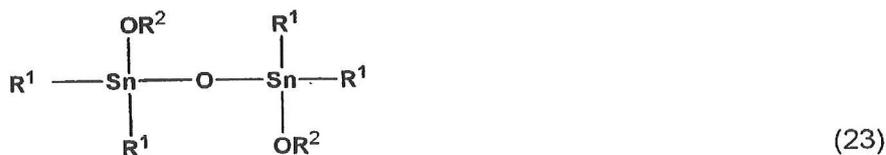
5 <Reacción de desproporción de grupos alquilo>

En primer lugar, se facilita una explicación de la "reacción de desproporción de grupos alquilo del compuesto de alcóxido de alquil estaño" de la etapa (1) anterior.

10 El compuesto de alcóxido de alquil estaño, utilizado en el presente documento, se refiere al compuesto de dialcóxido de dialquil de estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano mencionados anteriormente, y más específicamente, se refiere a un compuesto de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula (22) y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la fórmula siguiente (23):



15 (en la que, cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, que se deriva de un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano, y cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarburo que se deriva de un éster de ácido carbónico y/o alcohol).



25 (en la que cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, que se deriva de un compuesto de tetraalquil diestanoxano y/o un compuesto de dialquil estaño, y cada R² representa grupos alquilo que se derivan de un éster de ácido carbónico y/o alcohol).

30 Ejemplos específicos de compuestos representados por la fórmula (22) pueden incluir dimetil-dimetoxi estaño, dimetil-dietoxi estaño, dimetil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-difenoxi estaño, dimetil-di (metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etilfenoxi) estaño, dimetil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(fenilmetoxi) estaño, dimetil-di(feniletoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di (metilfenilmetoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dimetoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dietoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-difenoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(fenilmetoxi) estaño, dibutil-di(feniletoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilfenilmetoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dimetoxi estaño, dioctil-dietoxi estaño, dioctil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-difenoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis (dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(fenilmetoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(feniletoxi) estaño (incluyendo isómeros) y dioctil-di(metilfenilmetoxi) estaño (incluyendo isómeros).

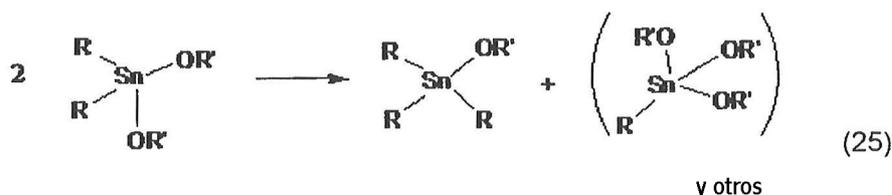
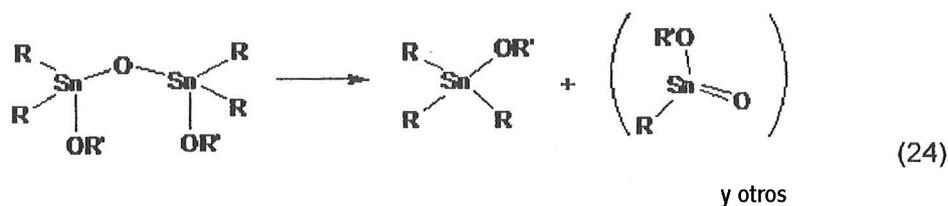
50 Ejemplos específicos de compuestos representados por la fórmula (23) pueden incluir 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dietoxi diestanoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dihexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diheptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dioctiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di (fenoxi)-diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di

(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(fenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(feniletoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilfenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dietoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dipropoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dibutoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dipentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dihexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-diheptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dioctiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-di(fenoxi)-diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-di(fenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-di(feniletoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-di(metilfenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dietoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipropoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dihexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diheptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dioctiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(fenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(fenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(feniletoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros) y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilfenilmetoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros).

Aunque se ha descrito anteriormente, en general, los compuestos orgánicos de estaño adoptan fácilmente una estructura asociada. Por ejemplo, se sabe que los compuestos de dialcóxido de dialquil estaño forman una estructura de dímero, mientras que se sabe que los compuestos de tetraalquil dialcoxi diestanoxano existen formando estructuras de escalera, en la que están asociadas dos o tres moléculas. Incluso en los casos en los que dichos estados correspondientes cambian, es común para los expertos en la materia que se expresen estos compuestos en términos de su estructura monomérica.

"La reacción de desproporción de grupos alquilo de un compuesto alcóxido de alquil estaño" de la etapa (1) anterior se refiere a una reacción en la que el número de dos grupos R^1 (en el que R^1 representa un grupo alquilo) unidos al estaño se desproporciona entre dos moléculas en el caso de un compuesto de alcóxido de dialquil estaño, o se desproporciona intramolecularmente y/o intermolecularmente en el caso de un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, con el fin de convertir a un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño que tiene un enlace $Sn-R^1$ y un compuesto de alcóxido de trialquil estaño que tiene tres enlaces $Sn-R^1$.

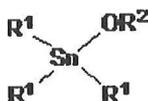
Por ejemplo, la reacción de desproporción de grupos alquilo representada por la siguiente fórmula (24) se presume que ocurre en el caso de un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, mientras que la reacción de desproporción de grupos alquilo representada por la siguiente fórmula (25) se presume que ocurre en el caso de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño:



(en la que, cada R y R' representan de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono).

Aunque es difícil identificar las estructuras de todos los productos de las reacciones de desproporción de grupos alquilo, como mínimo, uno de los productos es un compuesto de alcóxido de trialquil estaño, tal como se representa a continuación. Por ejemplo, hay muchos casos en los que se forma aproximadamente la mitad del compuesto de alcóxido de trialquil estaño representado por la siguiente fórmula (26) en términos de la relación estequiométrica de

los mismos con respecto a una disminución en la cantidad del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano en esta reacción de desproporción de grupos alquilo. Un compuesto alcóxido de trialquil estaño, tal como se refiere en la presente realización, tiene tres enlaces de Sn-R¹, y el grupo alquilo R¹ es un grupo alquilo que se deriva de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano.



(26)

(en la que

10 cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo que se deriva de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, y
R² representa un grupo alquilo que se deriva de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano).

15 Ejemplos de compuestos de alcóxido de trialquil estaño representados por la fórmula (26) anterior pueden incluir compuestos de trialquil-alcóxi estaño tales como trimetil-metoxi estaño, trimetil-etoxi estaño, trimetil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), trimetil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), trimetil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), trimetil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), trimetil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), trimetil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dimetil metoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dimetil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dimetil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dimetil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dimetil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dimetil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dimetil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dimetil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dimetil-noniloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dimetil-deciloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-metil-metoxi estaño, dibutil-metil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-metil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-metil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-metil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-metil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-metil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-metil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-metil-noniloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-metil-deciloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dietil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dietil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dietil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dietil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dietil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dietil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dietil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dietil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-etil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-etil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-etil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-etil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-etil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-etil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-etil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-etil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dipropil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dipropil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dipropil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dipropil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dipropil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dipropil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dipropil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-dipropil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-propil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-propil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-propil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-propil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-propil-pentiloxi-estaño (incluyendo isómeros), dibutil-propil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-propil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-propil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), tributil-metoxi estaño, tributil-etoxi estaño, tributil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), tributil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), tributil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), tributil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), tributil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), tributil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dimetil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dimetil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dimetil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dimetil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dimetil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dimetil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dimetil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dimetil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dimetil-noniloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dimetil-deciloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-metil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-metil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-metil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-metil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-metil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-metil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-metil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-metil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dietil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dietil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dietil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dietil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dietil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dietil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dietil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dietil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-etil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-etil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-etil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-etil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-etil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-etil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-etil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-etil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dipropil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dipropil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dipropil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dipropil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dipropil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dipropil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dipropil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dipropil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-propil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-propil-

etoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-propil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-propil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-propil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-propil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-propil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-propil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dibutil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dibutil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dibutil-propoxi estaño (incluyendo isómero), octil-dibutil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dibutil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dibutil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dibutil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-dibutil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), trioctil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), trioctil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), trioctil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), trioctil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), trioctil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), trioctil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), trioctil-heptiloxi-estaño (incluyendo isómeros) o trioctil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros).

Tal como se ha descrito anteriormente, dado que el compuesto de alcóxido de triaquil estaño se forma en la reacción de desproporción de grupos alquilo, se presume que se forma un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño que tiene un enlace Sn-R¹ de forma simultánea al compuesto de alcóxido de triaquil estaño, tal como se muestra en la fórmula (22) y/o la fórmula (23) anteriores, en consideración del equilibrio de los grupos alquilo. Ejemplos de dichos compuestos de alcóxido de monoalquil estaño pueden incluir óxidos de monoalquil-alcoxi estaño, tales como óxido de metil metoxi estaño, óxido de metil-etoxi estaño, óxido de metil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de metil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de metil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de metil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de metil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de metil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-metoxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-etoxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-propoxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-butoxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-pentiloxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-hexiloxi estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-heptiloxi estaño (incluyendo isómeros) o óxido de octil-octiloxi estaño (incluyendo isómeros); y monoalquil-trialcoxi estaño tales como metil-trimetoxi estaño, metil-trietoxi estaño, metil-tripropoxi estaño (incluyendo isómeros), metil-tributoxi estaño (incluyendo isómeros), metil-tripentiloxi estaño (incluyendo isómeros), metil-trihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), metil-triheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), metil-trioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-trimetoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-trietoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-tripropoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-tributoxi estaño (incluyendo isómeros), butil-tripentiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-trihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-triheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), butil-trioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-trimetoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-trietoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-tripropoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-tributoxi estaño (incluyendo isómeros), octil-tripentiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-trihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), octil-triheptiloxi estaño (incluyendo isómeros) u octil-trioctiloxi estaño (incluyendo isómeros).

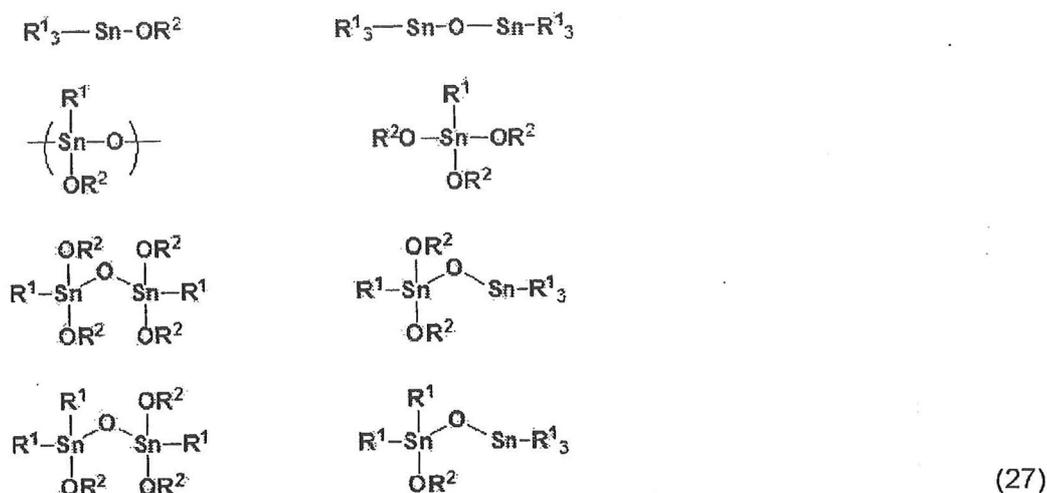
Aunque es difícil caracterizar la estructura del compuesto de alcóxido de monoalquil estaño, además de tener "un enlace Sn-R¹" tal como se ha descrito anteriormente, también puede ser caracterizado por su desplazamiento químico, tal como se determina por ¹¹⁹Sn-RMN. A saber, como mínimo, un tipo de compuesto formado mediante la reacción de desproporción de grupos alquilo del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, es un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño, y el compuesto de alcóxido de monoalquil estaño se caracteriza mediante la detección de un átomo de estaño que demuestra un desplazamiento químico de -220 a -610 ppm basado en tetrametil estaño durante el análisis mediante ¹¹⁹Sn-RMN en una solución de cloroformo deuterado.

A saber, los productos de la reacción de desproporción de alquilo contienen un compuesto de alcóxido de triaquil estaño que tiene tres enlaces Sn-R¹ y un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño que tiene un enlace Sn-R¹, y el compuesto de alcóxido de monoalquil estaño muestra un desplazamiento químico de -220 a -610 ppm basado en tetrametil estaño cuando se analiza por ¹¹⁹Sn-RMN en una solución de cloroformo deuterado. En la presente realización, una composición que contiene el compuesto de alcóxido de triaquil estaño y el compuesto de alcóxido de monoalquil estaño es referida como una "composición de alquil estaño".

En muchos casos, el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño representado por la fórmula (22) y el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la fórmula (23) tienen un átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico de 200 a -200 ppm basado en tetrametil estaño cuando se analiza mediante ¹¹⁹Sn-RMN en una solución de cloroformo deuterado, y como resultado de la reacción de desproporción de grupos alquilo del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o del compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, se detecta un átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico en el intervalo de -220 a -610 ppm, tal como se describió anteriormente. En casi todos los casos, ya que el producto de la reacción de desproporción de grupos alquilo tiene una pluralidad de señales en el intervalo de -220 a -610 ppm, además del óxido de monoalquil alcoxi estaño y

trialcoxi de monoalquil estaño, tal como se ejemplifica mediante la fórmula (24) y/o la fórmula (25), el producto de la reacción de desproporción de grupos alquilo se presume que contiene otras estructuras, así como en muchos casos. Aunque un determinado producto de la reacción de desproporción de grupos alquilo se compone de compuestos para los cuales se desconoce la estructura de esta manera, estos compuestos que tienen estructuras desconocidas pueden estar contenidos en la composición de alquil estaño utilizada en la etapa (1) sin ningún problema. Además, tampoco hay problemas asociados con un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano que están contenido en la composición de alquil estaño.

El producto resultante de la reacción de desproporción de alquilos del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano se presume fácilmente que adopta una estructura diferente a la de los ejemplos indicados anteriormente. Además, como resultado de la formación de un esqueleto de estanoxano, se puede formar un compuesto que contiene una unidad en la que están unidos dos grupos alquilo al estaño y una unidad en la que están unidos al estaño un número entero de grupos alquilo diferente de dos. Las supuestas estructuras de los productos resultantes de la reacción de desproporción de grupos alquilo se muestra a continuación junto con los ejemplos descritos anteriormente:



(en la que, cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo que se deriva de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, y cada R² representa de forma independiente un grupo alquilo que se deriva de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano).

Tal como se describió anteriormente, aunque la composición de alquil estaño, tal como se utiliza en la presente realización, se refiere a una composición que contiene un compuesto de alcóxido de trialquil estaño y un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño, puede ser una composición que consiste esencialmente en el compuesto de alcóxido de trialquil estaño y el compuesto de alcóxido de monoalquil estaño, o puede ser una composición que también contiene un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño. Además, pueden contener también un producto resultante de la reacción de desproporción de grupos alquilo, tal como se ha descrito anteriormente.

Una composición de alquil estaño utilizada preferentemente en la presente invención es una composición de alquil estaño que contiene, cuando se representa como % molar, un 10% molar o más, preferentemente un 30% molar o más, y más preferentemente un 50% molar o más, de un compuesto en la composición de alquil estaño en el que el número de grupos alquilo unidos al átomo de estaño es un número diferente a 2 en base al número total de moles de átomos de estaño contenidos en la composición de alquil estaño.

En dependencia del caso, aunque la composición de alquil estaño puede contener un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño, un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, tetraalquil estaño, hexalquil diestanoxano u óxido de estaño (SnO₂) y similares, estos compuestos pueden estar contenidos sin ningún problema siempre que estén contenidos a un nivel que no entren en conflicto con el propósito de la presente invención.

Además, también se puede utilizar una composición en la que una composición que contiene un compuesto de alcóxido de trialquil estaño y una composición que contiene un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño han sido separadas de la composición de alquil estaño. Se pueden utilizar varios métodos conocidos para el procedimiento de separación. Por ejemplo, se puede utilizar, como mínimo, un método seleccionado del grupo que

comprende separación por destilación, separación por extracción y separación por membrana, y se utiliza de forma particular preferentemente la separación por destilación.

La etapa (1) es una etapa para hacer reaccionar la composición de alquil estaño descrita anteriormente con un ácido representado por la fórmula general HOX (ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) y/o un anhídrido de ácido representado por la fórmula general XOX (en la que OX representa un grupo en el que un ácido conjugado de OX en forma de HOX es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) para preparar una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que tienen un grupo (grupo OX) que se deriva del ácido y/o anhídrido de ácido.

En la etapa (1), se utiliza preferentemente un ácido orgánico para el ácido representado por la fórmula general HOX. Aunque los ejemplos de ácidos orgánicos pueden incluir ácido carboxílico, ácido sulfónico y ácido fenólico, se utiliza preferentemente ácido carboxílico. Ejemplos de ácidos carboxílicos pueden incluir compuestos de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados o insaturados tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico, ácido hexanoico, ácido isocaproico, ácido 2-ethylbutanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido heptanoico (incluyendo isómeros), ácido octanoico (incluyendo isómeros), ácido nonanoico (incluyendo isómeros), ácido decanoico (incluyendo isómeros), ácido undecanoico (incluyendo isómeros), ácido dodecanoico (incluyendo isómeros), ácido tetradecanoico (incluyendo isómeros), ácido hexadecanoico (incluyendo isómeros), ácido acrílico, ácido crótico, ácido isocrotico, ácido vinilacético, ácido metacrílico, ácido angélico, ácido tíglico, ácido alilacético o ácido undecenoico (incluyendo isómeros); ácido dicarboxílico alifático saturado o insaturado tales como ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adipico, ácido heptanodioico (incluyendo isómeros), ácido octanodioico (incluyendo isómeros), ácido nonanedioico (incluyendo isómeros), ácido decanodioico (incluyendo isómeros), ácido maleico, ácido fumárico, ácido metilmaleico, ácido metilfumárico, ácido pentenedioico (incluyendo isómeros), ácido itacónico o ácido alimalónico; compuestos de ácidos tricarboxílicos saturados o insaturados tales como ácido 1,2,3-propanotricarboxílico, ácido 1,2,3-propenotricarboxílico o ácido 2,3-dimetilbutano-1,2,3-tricarboxílico; compuestos de ácidos carboxílicos aromáticos tales como ácido benzoico, ácido metilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido etilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido propilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido dimetilbenzoico (incluyendo isómeros) o ácido trimetilbenzoico (incluyendo isómeros); compuestos de ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico o ácido metilisoftálico (incluyendo isómeros); y, compuestos de ácidos tricarboxílicos aromáticos tales como ácido hemimelítico, ácido trimelítico o ácido trimésico. Entre estos ácidos carboxílicos, se utilizan preferentemente los ácidos monocarboxílicos saturados, se utilizan más preferentemente ácidos monocarboxílicos saturados que tienen un punto de ebullición normal de 300°C o inferior, y se utilizan incluso más preferentemente ácidos monocarboxílicos saturados que tienen un punto de ebullición normal de 250°C o inferior. El punto de ebullición estándar se refiere al punto de ebullición a 1 atmósfera, tal como se describe en la Enciclopedia Química (Kyoritsu Publishing Co., Ltd.). Más específicamente, se utilizan preferentemente ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico o ácido hexanoico.

Además, en la etapa (1), ejemplos de anhídridos de ácido representados por la fórmula general XOX pueden incluir anhídridos alifáticos tales como anhídrido acético, anhídrido propiónico, anhídrido butírico, anhídrido isobutírico, anhídrido valérico, anhídrido isovalérico, anhídrido succínico, anhídrido maleico, anhídrido propiónico o anhídrido glutárico; y, anhídridos aromáticos tales como anhídrido benzoico, anhídrido ftálico o anhídrido piromelítico. Entre estos, se utilizan preferentemente anhídridos de ácido que tienen un punto de ebullición normal de 300°C o inferior, y con el fin de facilitar la eliminación del exceso de anhídrido de ácido después de la reacción, se utilizan más preferentemente anhídridos de ácido que tienen un punto de ebullición normal de 200°C o inferior. Además, son preferentes anhídrido maleico y anhídrido acético, desde el punto de vista de facilitar la eliminación de subproductos, tales como ésteres de ácidos carboxílicos y la facilidad de adquisición industrial.

Aunque estos ácidos y anhídridos de ácidos se pueden utilizar solos o mezclando una pluralidad de tipos, en el caso de utilizar un ácido, hay muchos casos en los que se forma agua en el caso de hacer reaccionar el ácido con la composición de alquil estaño. Se puede llevar a cabo una separación por destilación o una separación por membrana o se puede utilizar un agente de deshidratación para eliminar el agua. Además, es preferente la utilización combinada de un anhídrido de ácido como agente de deshidratación. Además, en el caso de utilizar un anhídrido de ácido sólo, dado que hay muchos casos en los que no se forma agua en la reacción entre la composición de alquil estaño y el anhídrido de ácido, es preferente un método que utiliza un anhídrido de ácido sólo.

A continuación se facilita una explicación de la reacción en la etapa (1).

La cantidad de ácido y/o anhídrido de ácido utilizada está preferentemente en el intervalo de 0,1 a 50 veces en términos de la relación estequiométrica en base a los átomos de estaño contenidos en la composición de alquil estaño, en consideración de la velocidad de reacción y el rendimiento final de la mezcla de los compuestos orgánicos de estaño (que se explica en detalle más adelante) en la etapa (1), y más preferentemente se encuentra en el intervalo de 0,5 a 20 veces en consideración del tamaño del reactor y la velocidad de reacción. En el caso en el que la cantidad utilizada es menor que 0,1 en términos de la relación estequiométrica, hay casos en los que es difícil que la reacción continúe, mientras por el contrario, incluso si se utiliza en una cantidad mayor de 50 veces en términos de la relación estequiométrica, hay muchos casos en los que esto no tiene un efecto sobre la velocidad de reacción o el rendimiento final de la mezcla de compuestos orgánicos de estaño en la reacción.

La reacción de la etapa (1) se lleva a cabo preferentemente a una temperatura de reacción de -20 a 300°C y más preferentemente a una temperatura de reacción de -10 a 250°C, y aunque es preferente una temperatura de reacción elevada para aumentar la velocidad de reacción, ya que también hay casos en los que ocurren reacciones indeseables tales como la descomposición a temperaturas elevadas (por ejemplo, una reacción en la que los grupos alquilo unido al estaño se disocian como alcanos y cetonas) disminuyendo así el rendimiento, la reacción se lleva a cabo incluso más preferentemente a una temperatura de reacción de 0 a 230°C. Además, la reacción de la etapa (1) se lleva a cabo preferentemente en una atmósfera de gas inerte tal como argón, neón o nitrógeno.

Aunque no se requiere la utilización de un disolvente en la etapa (1), se puede utilizar un disolvente con el fin de mejorar la fluidez, facilitando el procedimiento de reacción o eliminar eficazmente el agua fuera del sistema en el caso, de que se forme agua en la reacción. Ejemplos de dichos disolventes pueden incluir hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 5 a 16 átomos de carbono, éteres compuestos de hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono, e hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 1 a 16 átomos de carbono. Más específicamente, ejemplos de disolventes que pueden ser utilizados pueden incluir hidrocarburos lineales o cíclicos seleccionados del grupo que comprende pentano (incluyendo isómeros), hexano (incluyendo isómeros), heptano (incluyendo isómeros), octano (incluyendo isómeros), nonano (incluyendo isómeros), decano (incluyendo isómeros), hexadecano (incluyendo isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (incluyendo isómeros) y etilbenceno; éteres seleccionados del grupo que comprende éter dietílico, éter dipropílico (incluyendo isómeros), éter dibutílico (incluyendo isómeros), dihexil éter (incluyendo isómeros), dioctil éter (incluyendo isómeros) y difenil éter; e hidrocarburos halogenados seleccionados del grupo que comprende cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano y diclorobenceno (incluyendo isómeros). Estos disolventes se pueden utilizar solos o se utilizan mezclando dos o más tipos.

Aunque se describirá más adelante, la reacción de redistribución de grupos alquilo de la etapa (2) es una reacción de equilibrio, y en base a las propiedades típicas de las reacciones de equilibrio, la reacción de redistribución de grupo alquilo de la etapa (2) se lleva a cabo preferentemente llevando a cabo la reacción de la etapa (1) utilizando una composición de alquil estaño en la que el compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y el compuesto de alcóxido dialquil estaño se acumulan y/o se concentran a una concentración alta (por ejemplo, el contenido del compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y el compuesto alcóxido de dialquil estaño en la composición de alquil estaño en base al número total de moles de átomos de estaño en la composición de alquil estaño, cuando se representa como % molar, es de un 10% molar o más, preferentemente un 30% molar o más y más preferentemente un 50% molar o más).

<Caso de separación del compuesto de alcóxido de dialquil estaño de la composición de alquil estaño>

La composición que contiene el compuesto de alcóxido dialquil estaño y la composición que contiene el compuesto de alcóxido de monoalquil estaño se pueden separar de la composición de alquil estaño antes de llevar a cabo la etapa (1). Además, en el caso de la separación de la composición que contiene el compuesto de alcóxido de dialquil estaño y la composición que contiene el compuesto de alcóxido de monoalquil estaño de la composición de alquil estaño, cada composición se puede hacer reaccionar con ácido y/o anhídrido de ácido en condiciones de temperatura diferentes.

Aunque se pueden utilizar varios métodos conocidos para esta separación, tales como separación por destilación, cristalización, separación por membrana, filtración o extracción con disolvente, la separación se lleva a cabo preferentemente mediante separación por destilación.

<Eliminación de sustancias sin reaccionar y subproductos>

La mezcla de compuestos orgánicos de estaño obtenida en la etapa (1) se puede utilizar directamente como materia prima de la etapa (2), o se puede utilizar como materia prima de la etapa (2) después de haber eliminado compuestos de ácido y/o anhídrido de ácido y/o compuestos orgánicos sin reaccionar, que no contienen átomos de estaño formados por la reacción. Preferentemente, se utiliza como materia prima de la etapa (2) después de haber eliminado el ácido y/o anhídrido de ácido sin reaccionar. Esto es porque si la etapa (2) se lleva a cabo sin eliminar ácido y/o anhídrido de ácido sin reaccionar, hay muchos casos en los que ocurre una reacción de desalquilación, que se describirá más adelante, y el rendimiento del compuesto de dialquil estaño y/o del compuesto de tetraalquil diestano formado disminuye debido a esta reacción de desalquilación. Se puede utilizar un método conocido, tal como filtración, separación por destilación, separación por membrana, cristalización o extracción con disolvente para eliminar ácido y/o anhídrido de ácido y/o compuestos orgánicos sin reaccionar que no contienen átomos de estaño formados por la reacción.

Además, aunque la reacción de desalquilación, que será descrita más adelante, también puede ocurrir simultáneamente durante la etapa (1) o durante el procedimiento de eliminación de ácido y/o anhídrido de ácido sin reaccionar, ésta no facilita problema, siempre que esté en el intervalo de la esencia de la presente realización.

Además, también se puede formar en esta etapa (1) un compuesto sólido que contiene átomos de estaño. De acuerdo con los estudios realizados por los inventores de la presente invención, en el caso de hacer reaccionar la composición de alquil estaño con ácido acético, por ejemplo, hay casos en los que se forma un sólido blanco de sublimación dependiendo de los compuestos contenidos en la composición de alquil estaño, las condiciones de reacción y similares. Aunque se presume que este sólido blanco es diacetoxi estaño divalente en base a los resultados de los análisis de RMN y similares, la etapa (2) se puede llevar a cabo después de eliminar este compuesto de la mezcla obtenida en la etapa (1), o la etapa (2) se puede llevar a cabo sin eliminar este compuesto.

Además, se puede formar un alcohol que se deriva de un grupo alcoxi contenido en la composición de alquil estaño además de la mezcla de compuestos orgánicos de estaño que tienen un grupo (grupo OX) que se deriva de un ácido y/o anhídrido de ácido en la etapa (1), en dependencia de las condiciones de reacción de la etapa (1), y este alcohol es preferentemente separado y recuperado. El alcohol recuperado se puede utilizar como alcohol en otras etapas de la presente invención (por ejemplo, como el alcohol de fórmula (17), fórmula (18) o fórmula (36)). Aunque se puede utilizar un método conocido para separar y recuperar el alcohol, tales como separación por destilación o separación por membrana, es preferente la separación por destilación.

Después de la reacción del ácido y/o anhídrido de ácido con la composición de alquil estaño, la temperatura durante la separación y recuperación del alcohol subproducto mediante separación por destilación se encuentra preferentemente dentro del intervalo de 0 a 100°C y, más preferentemente, dentro del intervalo de 0 a 80°C. La utilización de una temperatura elevada puede provocar la descomposición o una reacción de condensación por deshidratación entre el ácido y el alcohol y el rendimiento del alcohol recuperado puede disminuir, mientras que a temperaturas bajas, el compuesto orgánico de estaño puede convertirse en un sólido, lo que resulta en mala fluidez. Por lo tanto, la separación y la recuperación del alcohol se llevan a cabo más preferentemente en el intervalo de temperatura de 20 a 60°C. Aunque varía según los tipos de compuestos utilizados, la temperatura de reacción y similares, la presión está preferentemente en el intervalo de 1 Pa a 1 MPa y, más preferentemente, en el intervalo de 10 Pa a 10 kPa. Si la presión es demasiado alta, se requiere un tiempo considerable para la separación por destilación del alcohol o puede ocurrir una reacción de condensación por deshidratación entre el ácido y el alcohol, y puesto que esto puede causar una disminución en el rendimiento del alcohol recuperado, la presión, aún más preferentemente, se encuentra dentro del intervalo de 10 Pa a 1 kPa.

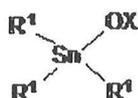
El procedimiento para recuperar el alcohol por destilación se puede llevar a cabo después de haber completado el procedimiento de reacción entre el ácido y/o anhídrido de ácido y la composición de alquil estaño, o se puede llevar a cabo simultáneamente con la reacción entre el ácido y/o anhídrido de ácido y la composición de alquil estaño.

No hay limitaciones en particular para el reactor utilizado para la reacción entre el ácido y/o anhídrido de ácido y la composición de alquil estaño y el reactor utilizado para la separación por destilación del alcohol, y se puede utilizar un reactor conocido. Convencionalmente, se pueden combinar reactores conocidos de forma adecuada para su utilización, ejemplos de los cuales pueden incluir un tanque de agitación, un tanque de agitación presurizado, un tanque de agitación despresurizado, un reactor de columna, una columna de destilación, una columna rellena y un destilador de película delgada. Asimismo, no hay limitaciones en particular sobre el material del reactor, y se puede utilizar un material conocido. Por ejemplo, se puede utilizar un reactor hecho de vidrio, acero inoxidable, acero al carbono o Hastelloy, o se puede utilizar un reactor hecho de un material de base provisto de un revestimiento de vidrio o un reactor con revestimiento de Teflón™. Puesto que hay casos en los que la corrosión por ácido puede ser prominente en dependencia de la etapa y de las condiciones, en dichos casos, se puede seleccionar adecuadamente un reactor hecho de vidrio, que tiene un revestimiento de vidrio, que está provisto de un recubrimiento de Teflon (TM) o de Hastelloy.

<Compuestos orgánicos de estaño>

A continuación se facilita una explicación de la mezcla de compuestos orgánicos de estaño formados mediante la reacción de la etapa (1).

El término "compuestos orgánicos del estaño" tal como se utiliza en la presente realización, se refiere a compuestos orgánicos de estaño que tienen un grupo (grupo OX) que se deriva del ácido y/o anhídrido de ácido formado por la reacción de la etapa (1). Tal como se describió anteriormente, aunque la materia prima de la etapa (1) en forma de un compuesto de alquil estaño contiene un compuesto de alcóxido de trialquil estaño representado por la fórmula (25), se forma un compuesto que tiene tres enlaces Sn-R¹ (en el que R¹ representa un grupo alquilo) y un enlace Sn-OX en el que (OX en la que representa un grupo que se deriva de un ácido y/o anhídrido de ácido) a partir del compuesto de alcóxido de trialquil estaño mediante la reacción de la etapa (1). Más específicamente, este es un compuesto representado por la siguiente fórmula (28):

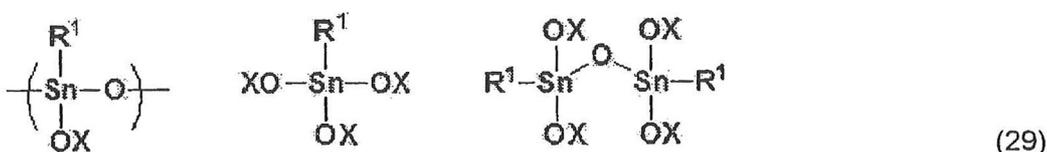


(28)

(en la que

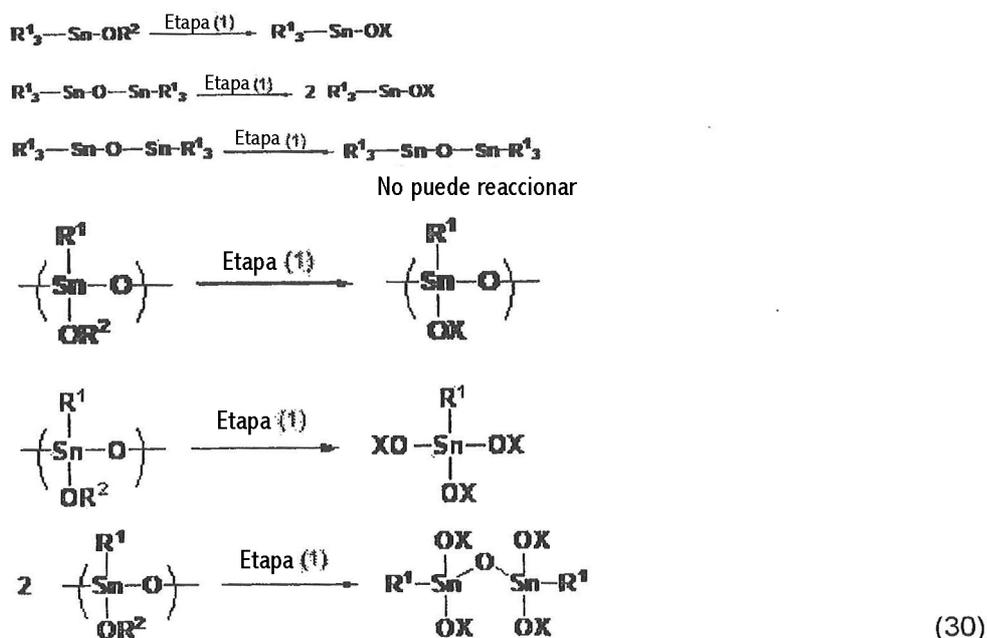
cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo;
 X representa un grupo que se deriva de un ácido y/o anhídrido de ácido; y
 O representa un átomo de oxígeno).

5 Por otra parte, los compuestos que tienen un enlace Sn-R¹ y se forman de uno a tres grupos Sn-OX a partir del
 compuesto alcóxido monoalquil estaño mencionado anteriormente mediante la reacción de la etapa (1). Se
 describió anteriormente que cuando estos compuestos de alcóxido de monoalquil estaño se analizaron mediante
¹¹⁹Sn-RMN en una solución de cloroformo deuterada, se encontró que los compuestos tienen un átomo de estaño
 que muestra un desplazamiento químico de 200 a -200 ppm basado en tetrametil estaño, lo que hace difícil
 10 identificar todas las estructuras de estos compuestos. Por lo tanto, también es difícil de identificar todas las
 estructuras de los compuestos formados a partir de estos compuestos de alcóxido de monoalquil estaño. Sin
 embargo, dado que existen muchos casos en los que la reacción entre un compuesto de alcóxido de monoalquil
 estaño y un ácido y/o anhídrido de ácido es principalmente una reacción que combina 1) una reacción en la que el
 grupo R²O del enlace Sn-OR² del compuesto de alcóxido de monoalquil estaño se sustituye con un grupo XO, y 2)
 15 una reacción en la que los enlaces diestanoxano representados por Sn-O-Sn se escinden, resultando en la
 formación de enlaces Sn-OX, existen muchos casos en los que se forma un compuesto representado por la
 siguiente fórmula (29):



(en la que
 cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo;
 X representa un grupo que se deriva de un ácido y/o anhídrido de ácido; y
 O representa un átomo de oxígeno).

Además, tal como se mencionó anteriormente, los productos resultantes de la reacción de desproporción de grupos
 alquilo de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano se
 presume que adoptan diversas estructuras, y los compuestos que tienen la estructura representada por la fórmula
 (27) mencionada anteriormente se supone que son productos de la reacción de desproporción de grupos alquilo.
 30 Estos compuestos representados por la fórmula (27) también se prevé que reaccionen con el ácido y/o anhídrido de
 ácido en la etapa (1), y la reacción se presume que procede tal como se representa por la siguiente fórmula (30):



(en la que
 cada R¹ y R² son tal como se definieron en la fórmula (27), y
 O representa un átomo de oxígeno).

<Etapa (2)>

A continuación se facilita una explicación de etapa (2).

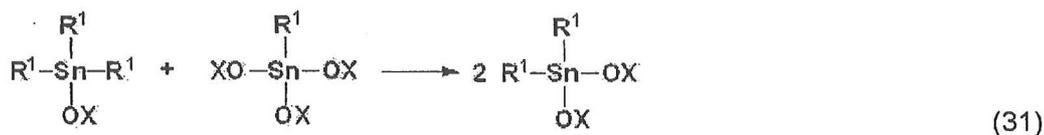
La etapa (2) es una etapa para obtener, como mínimo, un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende:

i) un compuesto de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, en el que el átomo de estaño tiene dos enlaces Sn-R¹ (en el que R¹ representa un grupo alquilo) y dos enlaces Sn-OX (en el que OX es un grupo en el que un ácido conjugado de OX en forma de HOX es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), y

ii) un compuesto de tetraalquil diestanoxano que tiene un enlace Sn-O-Sn, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces Sn-R¹ y un enlace Sn-OX (en el que OX es un grupo en el que un ácido conjugado de OX en forma de HOX es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8),

a partir de un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y un compuesto de alcóxido de trialquil estaño en una composición de alquil estaño mediante tratamiento térmico de la mezcla de compuestos orgánicos de estaño obtenido en la etapa (1) y llevar a cabo una reacción de redistribución grupos alquilo.

Una reacción de redistribución de grupos alquilo, tal como se utiliza en el presente documento, se refiere a una reacción en la que el número de enlaces de grupos alquilo unidos a un único átomo de estaño se equilibra mediante la reacción de dos o más tipos de compuestos orgánicos de estaño, que tienen dos o más números diferentes de grupos alquilo unidos a un único átomo de estaño, y la reacción de redistribución de grupo alquilo es una reacción de equilibrio. Aunque el mecanismo de reacción detallado no está claro, se presume que implica la formación de compuestos orgánicos de estaño que tienen dos grupos alquilo unidos a un único átomo de estaño por la reacción de un compuesto orgánico de estaño que tiene tres grupos alquilo unido a un único átomo de estaño y un compuesto orgánico de estaño que tiene un grupo alquilo unido a un único átomo de estaño, tal como se indica en la siguiente fórmula (31):



(en la que

cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo,

X representa un grupo que se deriva de un ácido y/o anhídrido de ácido, y

O representa un átomo de oxígeno).

La reacción de redistribución de grupos alquilo procede mediante tratamiento térmico de una mezcla de dos o más tipos de compuestos orgánicos de estaño que tienen dos o más números diferentes de grupos alquilo unidos a un único átomo de estaño.

Este tratamiento térmico se lleva a cabo preferentemente en un intervalo de temperatura de 20 a 300°C, y en el caso de que se desee acelerar la reacción o en el caso de que se desee obtener una concentración más alta de una forma dialquilo (compuesto de estaño que tiene dos enlaces Sn-R¹), dado que una temperatura de reacción elevada es ventajosa para desplazar el equilibrio hacia la derecha, la temperatura es más preferentemente de 50 a 280°C. Aunque una temperatura elevada para el tratamiento térmico es preferente para aumentar la velocidad de reacción, dado que pueden ocurrir reacciones indeseables tales como la descomposición a altas temperaturas lo que resulta en una disminución del rendimiento, la reacción se lleva a cabo más preferentemente a una temperatura en el intervalo de 80 a 260°C. Si la temperatura es menor de 20°C, el tiempo de reacción puede llegar a ser excesivamente largo, mientras que en el caso de que la temperatura supere los 300°C, el rendimiento del compuesto de dialquil estaño puede disminuir como resultado de la desnaturalización de compuestos orgánicos de estaño debido a la descomposición y similares. Aunque varía según los compuestos utilizados y la temperatura del tratamiento térmico, el tiempo de reacción es de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas, y en consideración de la productividad industrial, la temperatura de reacción y similares se ajusta para que el tiempo de reacción sea de 0,1 a 2 horas. La reacción se puede terminar cuando se ha obtenido el compuesto de dialquil estaño deseado, tal como se determina utilizando ¹¹⁹Sn-RMN y similares. Tal como se describirá más adelante, dado que la reacción de redistribución de grupos alquilo de la presente invención se supone que es una reacción de equilibrio, para obtener un compuesto de estaño que tiene dos grupos alquilo unidos a un único átomo de estaño a una concentración superior a los reaccionantes, la reacción se lleva a cabo en un intervalo de temperatura de tal manera que la concentración de los productos es mayor que la de los reaccionantes mediante la medición de las concentraciones de equilibrio de los compuestos utilizados en relación a la temperatura, o aumentando la concentración del compuesto de dialquil estaño en los productos mediante la conversión de sustituyentes por un método que se describirá más adelante. Además, en el caso de llevar a cabo el tratamiento térmico a una temperatura elevada (por ejemplo, 150°C o superior), el rendimiento del compuesto de dialquil estaño puede disminuir si se necesita tiempo para el enfriamiento después de la reacción. Esto es debido a que el sistema de reacción intenta aproximarse a la concentración de equilibrio a una temperatura baja durante el curso del enfriamiento, lo que hace llevar a cabo el tratamiento térmico preferentemente a alta temperatura seguido de

enfriamiento rápido. Se puede utilizar preferentemente un método conocido para enfriar el líquido de reacción, y se puede utilizar preferentemente un método tal como la utilización de salmuera o lavado en un reactor a una presión más baja que el depósito de tratamiento térmico.

5 La reacción de redistribución de grupos alquilo puede llevarse a cabo en presencia o ausencia de un catalizador de haluro metálico. Ejemplos de catalizadores de haluros metálicos pueden incluir cloruro de estaño (II), cloruro de mercurio (II), cloruro de plomo (II), fluoruro de mercurio (II), fluoruro de plomo (II), fluoruro de estaño (II), yoduro de mercurio (II), yoduro de plomo (II), yoduro de mercurio (II), bromuro de estaño (II), bromuro de mercurio (II) y bromuro de plomo (II), y estos haluros metálicos se pueden utilizar solos o se pueden utilizar dos o más tipos como una
10 mezcla. Estos haluros metálicos se pueden utilizar preferentemente en un intervalo de 0,1 a 10% en peso basado en la solución utilizada para el tratamiento térmico.

Aunque no se requiere la utilización de un disolvente en la reacción de redistribución de grupos alquilo, se puede utilizar un disolvente con el fin de mejorar la fluidez o facilitar el procedimiento de reacción. Ejemplos de dichos
15 disolventes pueden incluir hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 5 a 16 átomos de carbono, éteres compuestos de hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono y de hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 1 a 16 átomos de carbono. Ejemplos específicos pueden incluir hidrocarburos lineales y cíclicos seleccionados entre pentano (incluyendo isómeros), hexano (incluyendo isómeros), heptano (incluyendo isómeros), octano (incluyendo isómeros), nonano (incluyendo isómeros), decano (incluyendo isómeros), hexadecano (incluyendo isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (incluyendo isómeros) y etilbenceno; éteres seleccionados entre éter dietílico, éter dipropílico (incluyendo isómeros), éter dibutílico (incluyendo isómeros), dihexil éter (incluyendo isómeros), dioctil éter (incluyendo isómeros) y difenil éter, e hidrocarburos halogenados seleccionados entre cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano y diclorobenceno (incluyendo isómeros). Estos
20 disolventes pueden utilizarse solos o se pueden utilizar dos o más tipos como una mezcla. Los disolventes se pueden utilizar con el fin de mejorar la fluidez, facilitar el procedimiento de reacción, o eliminar de manera eficiente el agua del sistema, en el caso que se forma agua en la reacción. Ejemplos de dichos disolventes pueden incluir hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen 5 a 16 átomos de carbono, éteres de hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono e hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen 1 a 16 átomos de carbono. Ejemplos específicos de los mismos pueden incluir hidrocarburos lineales y cíclicos seleccionados entre pentano (incluyendo isómeros), hexano (incluyendo isómeros), heptano (incluyendo isómeros), octano (incluyendo isómeros), nonano (incluyendo isómeros), decano (incluyendo isómeros), hexadecano (incluyendo isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (incluyendo isómeros) y etilbenceno; éteres seleccionados entre éter dietílico, éter dipropílico (incluyendo isómeros), éter dibutílico (incluyendo isómeros), dihexil éter (incluyendo isómeros), dioctil éter (incluyendo isómeros) y difenil éter, e, hidrocarburos halogenados seleccionados entre cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano y diclorobenceno (incluyendo isómeros). Estos disolventes pueden utilizarse solos o se pueden utilizar dos o más tipos como una mezcla.

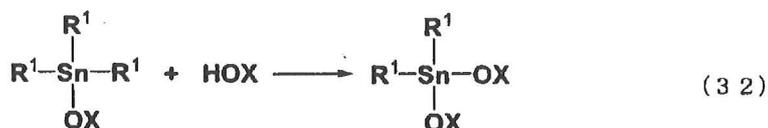
40 Además, una reacción de desalquilación, que se describirá más adelante, también puede ocurrir simultáneamente en la etapa (2).

Tal como se ha descrito anteriormente, la reacción de redistribución de grupos alquilo se presume que es una
45 reacción de equilibrio. Como resultado de extensos estudios realizados por los inventores de la presente invención, se encontró que esta reacción de redistribución de grupos alquilo depende de los sustituyentes unidos al átomo de estaño y/o la temperatura a la que se lleva a cabo la reacción de redistribución de grupos alquilo. Con respecto a los sustituyentes unidos al átomo de estaño, en el caso de un grupo (por ejemplo, un grupo equivalente al grupo OX en la fórmula (31) descrita anteriormente) unido al átomo de estaño que no sea un grupo alquilo (por ejemplo, un grupo equivalente a R^1 en la fórmula (31)), en muchos casos, el equilibrio se desplaza hacia los productos en el caso de
50 que el conjugado de ácido del grupo tiene un pKa de 0 a 6,8, mientras que por el contrario, hay muchos casos en los que el equilibrio se desplaza hacia los reaccionantes en el caso de que el pKa del ácido conjugado del grupo es de 6,8 a 25. Además, se encontró también que el equilibrio se desplaza hacia los productos a temperaturas más alta en el caso de que el pKa del ácido conjugado es de 0 a 6,8.

55 A saber, en general, la reacción de redistribución de grupos alquilo en la etapa (2) puede ocurrir como resultado del grupo OR^2 en las fórmulas (24) y (25) mencionadas anteriormente que tiene un pKa mayor que 6,8 y por la conversión del grupo OR^2 a un grupo OX en la etapa (1).

Aunque el término "reacción de desalquilación" se utilizó anteriormente, esta reacción de desalquilación se refiere a
60 una reacción en la que un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-OX, en el que un grupo OX, que se deriva de un ácido o anhídrido de ácido está unido a un átomo de estaño, se forma haciendo reaccionar un compuesto que tiene, como mínimo, un enlace Sn- R^1 (en el que R^1 representa un grupo alquilo) y un ácido representado por HOX y/o un anhídrido de ácido representado por XOX (en el que OX es un grupo en el que un ácido conjugado de OX en forma de HOX es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), seguido de la
65 eliminación del grupo alquilo (R^1) unido al átomo de estaño. Aunque el mecanismo de reacción detallado de esta reacción de desalquilación no está claro, se presume que se forma un compuesto que tiene un enlace Sn-OX

mediante una reacción entre un compuesto de trialquil estaño y un ácido HOX, tal como se muestra, por ejemplo, en la siguiente fórmula (32):

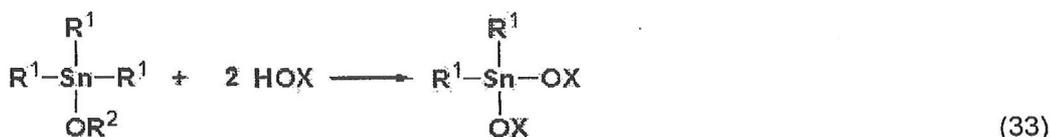


5

(en la que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo, X representa un grupo que se deriva de un ácido y/o anhídrido de ácido, y O representa un átomo de oxígeno).

10

Además, una reacción de sustitución de un grupo alcoxi de un compuesto de alcóxido de trialquil estaño también puede ocurrir simultáneamente a la reacción de desalquilación mencionada anteriormente, debido a una reacción entre el compuesto de alcóxido de trialquil estaño y un ácido HOX, tal como se muestra en la siguiente fórmula (33):



15

(en la que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo, R^2 representa un grupo alquilo, X representa un grupo que se deriva de un ácido y/o anhídrido de ácido, y O representa un átomo de oxígeno).

20

25

La reacción de desalquilación, tal como se describió anteriormente, puede ocurrir en la etapa (1) o en la etapa (2) en función de las condiciones de reacción. Sin embargo, puesto que el grupo alquilo eliminado en la reacción de desalquilación no se vuelve a unir con un átomo de estaño, en muchos casos, lo que resulta en una disminución en el rendimiento del compuesto de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil diestanoxano en la reacción de redistribución de grupos alquilo de la etapa (2), es preferente ajustar las condiciones de reacción de la etapa (1) y la etapa (2) de modo que sea difícil que ocurra la reacción de desalquilación.

30

También se puede adoptar un método para la regeneración, por ejemplo, de un compuesto de dialcóxido de monoalquil estaño y un compuesto de alcóxido de trialquil estaño, formado por una reacción de desproporción de grupos alquilo de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto tetraalquil dialcoxi diestanoxano, en forma de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano mediante la combinación de las etapas (1) y (2) explicadas anteriormente con la etapa (Z) (véase la figura 1).

35

<Procedimiento de preparación de una composición de alquil estaño>

40

A continuación se facilita una explicación de un procedimiento de preparación de una composición de alquil estaño en la etapa (1) descrita anteriormente.

45

Aunque no hay limitaciones en particular para la composición de alquil estaño, siempre que sea una composición de alquil estaño que contiene un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y un compuesto de alcóxido de trialquil estaño, es preferente que una composición de alquil estaño formado durante el curso de la producción de éster de ácido carbónico sea obtenida mediante llevar a cabo secuencialmente las siguientes etapas (a) a (c):

50

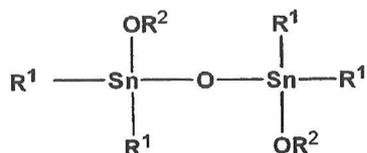
etapa (a): obtener un líquido de reacción que contiene un éster de ácido carbónico y el tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la siguiente fórmula general (35) y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono, haciendo reaccionar el dialcóxido de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula general (34) y dióxido de carbono:



(en la que

cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y

cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarbonado lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquileo de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileo cíclico saturado o insaturado));



(35)

(en la que cada R¹ representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y cada R² representa un grupo hidrocarbonado lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquileo de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileo cíclico saturado o insaturado));

etapa (b): obtener un líquido residual que contiene el tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono mediante la separación del éster de ácido carbónico del líquido de reacción por destilación; y

etapa (c): hacer reaccionar el líquido residual con un alcohol representado por la siguiente fórmula general (36), a fin de eliminar el agua formada como un subproducto para regenerar el dialcóxido de dialquil estaño, y utilizar el dialcóxido de dialquil estaño como el dialcóxido de dialquil estaño de la etapa (a):



(en la que R² representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 2 a 8 átomos de carbono).

En primer lugar, se facilita una explicación de la etapa (a).

Ejemplos de R¹ en la fórmula (34) anterior utilizado en la etapa (a) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 12, tales como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros), nonilo (incluyendo isómeros), decilo (incluyendo isómeros) o dodecilo (incluyendo isómeros). Ejemplos preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 8. Aunque se puede utilizar un compuesto de dialquil estaño en el que los grupos son grupos alquilo en los que el número de átomos de carbono que consituye los grupos está fuera del intervalo indicado, la fluidez puede ser mala y la productividad puede verse afectada. Los grupos alquilo son más preferentemente un grupo n-butilo o un grupo n-octilo en consideración de la facilidad de adquisición durante la producción industrial.

Ejemplos de un grupo R² en la fórmula (34) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 12, tales como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros), nonilo (incluyendo isómeros), decilo (incluyendo isómeros) o dodecilo (incluyendo isómeros). Ejemplos preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 2 a 8. Por lo tanto, ejemplos preferentes del grupo OR² en la fórmula (34) anterior, pueden incluir grupos alcoxi tales como un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propiloxi (incluyendo isómeros), un grupo butiloxi (incluyendo isómeros), un grupo pentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo hexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo heptiloxi (incluyendo isómeros), un grupo octiloxi (incluyendo isómeros), un grupo noniloxi (incluyendo isómeros), un grupo deciloxi (incluyendo isómeros) o un grupo dodeciloxi (incluyendo isómeros), mientras que ejemplos más preferentes de los mismos pueden incluir un grupo etoxi, un grupo propiloxi (incluyendo isómeros), un grupo butiloxi (incluyendo isómeros), un grupo pentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo hexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo heptiloxi (incluyendo isómeros) o un grupo octiloxi (incluyendo isómeros).

Ejemplos específicos de dialcóxido de dialquil estaño representado por la fórmula (34) pueden incluir dimetil-dimetoxi estaño, dimetil-dietoxi estaño, dimetil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-

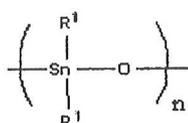
5 diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dimetoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dietoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dimetoxi estaño, dioctil-dietoxi estaño, dioctil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros).

10 Aunque se ha descrito anteriormente, en general los compuestos orgánicos de estaño pueden adoptar fácilmente una estructura asociada. Por ejemplo, se sabe que los compuestos de dialcóxido de dialquil estaño forman una estructura de dímero, mientras que los compuestos de tetraalquil dialcoxi diestanoxano se sabe que existen formando estructuras de escalera, en las que están asociada dos o tres moléculas. Incluso en los casos en los que dichos estados asociados cambian, es común que los expertos en la materia expresen estos compuestos en términos de su estructura monomérica.

15 Aunque no existen limitaciones en particular para el procedimiento de preparación del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño utilizado en la etapa (a), se puede utilizar preferentemente un procedimiento de preparación de dialcóxido de dialquil estaño dado a conocer anteriormente (tal como el descrito en el documento WO 2005/111049). Esta etapa es una etapa para preparar un dialcóxido de dialquil estaño a partir de un óxido de dialquil estaño y un alcohol. A continuación, se proporciona una explicación de este proceso de preparación.

20 Ejemplos de alcoholes utilizados preferentemente en esta etapa pueden incluir alcoholes en los que el número de átomos de carbono que constituyen el alcohol se selecciona de un número entero de 1 a 12, tales como metanol, etanol, propanol (incluyendo isómeros), butanol (incluyendo isómeros), pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros), heptanol (incluyendo isómeros), octanol (incluyendo isómeros), nonanol (incluyendo isómeros) o decanol (incluyendo isómeros). Ejemplos más preferentes de los mismos pueden incluir alcoholes en los que el número de átomos de carbono que constituyen el alcohol se selecciona de un número entero de 2-8, tales como etanol, propanol (incluyendo isómeros), butanol (incluyendo isómeros), pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros), heptanol (incluyendo isómeros) u octanol (incluyendo isómeros).

30 El óxido de dialquil estaño utilizado en la preparación del dialcóxido de dialquil estaño utiliza un óxido de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula (37):



(37)

35 (en la que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono).

40 Ejemplos de R^1 en la fórmula (37) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos que tienen 1 a 12 átomos de carbono, tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (incluyendo isómeros), un grupo butilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilo (incluyendo isómeros), un grupo octilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilo (incluyendo isómeros), un grupo decilo (incluyendo isómeros), un grupo undecilo (incluyendo isómeros) o un grupo dodecilo (incluyendo isómeros). Ejemplos más preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilos saturados lineales o ramificados que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, mientras que ejemplos aún más preferentes de los mismos pueden incluir un grupo n-butilo o un grupo n-octilo.

50 Un tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o dialcóxido de dialquil estaño se obtiene mediante una reacción de deshidratación del alcohol y el óxido de dialquil estaño, a la vez que se elimina del sistema el agua formada. La temperatura a la que se lleva a cabo la reacción, por ejemplo, se encuentra en el intervalo de 80 a 180°C, y con el fin de destilar el agua formada en el sistema, aunque varía según la presión de reacción, es preferente una temperatura de 100 a 180°C. Aunque es preferente una temperatura elevada para que la temperatura de reacción acelere la velocidad de reacción, dado que pueden también ocurrir reacciones indeseables tales como la descomposición a altas temperaturas, disminuyendo así el rendimiento, la temperatura de reacción está más preferentemente en el intervalo de 100 a 160°C. La presión de reacción es una presión que permite que el agua formada sea eliminada del sistema, y la reacción se lleva a cabo a una presión de 20 a 1×10^5 Pa, aunque varía según la temperatura de reacción. No existen limitaciones en particular para el tiempo de reacción de la reacción de deshidratación, y generalmente es de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas y más preferentemente de 0,1 a 2 horas. La reacción puede terminar una vez que ha sido obtenida una composición que contiene la cantidad deseada de dialcóxido de dialquil estaño. La progresión de la reacción también se determina mediante la medición de la cantidad

de agua extraída del sistema, y también puede ser determinada mediante un método que utiliza ^{119}Sn -RMN mediante el muestreo del líquido de reacción.

Aunque una composición que contiene un dialcóxido de dialquil estaño contiene principalmente un dialcóxido de dialquil estaño y un tetraalquil diestanoxano, la reacción se termina después de confirmar que se ha obtenido una composición en la que la relación molar del tetraalquil dialcoxi diestanoxano con respecto al dialcóxido de dialquil estaño contenido en la composición, tal como se representa por el % molar combinado de ambos, está preferentemente en el intervalo de 0:100 a 80:20, y más preferentemente en el intervalo de 10:90 a 70:30. El alcohol utilizado puede ser utilizado mientras sigue presente en el sistema de reacción, y el alcohol también puede ser utilizado para la destilación el alcohol en dependencia del caso. Dado que existe la ventaja de ser capaz de reducir el tamaño del reactor de las otras etapas, es preferente eliminar la mayor cantidad de alcohol que sea posible. Es preferente la eliminación mediante destilación conocida como método de eliminación, y se puede utilizar un equipo de destilación conocido para el destilador utilizado para la destilación. Un aparato de destilación de película delgada se utiliza preferentemente como aparato de destilación, ya que el alcohol se puede eliminar en un corto período de tiempo. No existen limitaciones en particular para el tipo de reactor de la reacción de deshidratación, y se puede utilizar un reactor de tipo tanque o de tipo columna conocidos. Una mezcla de reacción con bajo punto de ebullición, que contiene, agua se extrae en forma de gas del reactor por destilación, mientras que una mezcla de reacción con elevado punto de ebullición que contiene un dialcóxido de dialquil estaño producido se extrae de la parte inferior del reactor en forma de líquido. Se utilizan varios métodos conocidos para dicho reactor, entre cuyos ejemplos se pueden incluir tipos que utilizan recipientes de reacción que contienen un tanque de agitación, un tanque de agitación multietapa, una columna de destilación, una columna de destilación de multietapa, un reactor multitubular, una columna de destilación multietapa continua, una columna rellena, un evaporador de película fina, un reactor provisto de un soporte en el interior, un reactor de circulación forzada, un evaporador de película descendente, un evaporador de gota descendente, un reactor de flujo de goteo o una columna de burbujas, y tipos que utilizan combinaciones de los mismos. Los métodos que utilizan un reactor de columna son preferentes desde el punto de vista de la eficiencia del desplazamiento del equilibrio hacia el lado de los productos, mientras que una estructura que tiene un área de contacto gas-líquido grande es preferente por ser capaz de transferir rápidamente el agua formada a la fase gaseosa. Aunque los métodos continuos que utilizan un reactor multitubular, una columna de destilación multietapa o una columna de relleno con un relleno también se pueden utilizar, ya que el óxido de dialquil estaño utilizado en esta etapa generalmente es un sólido, es preferente emplear un método en el que la reacción en primer lugar se lleva a cabo en un reactor de tipo tanque, seguido del aumento del contenido de dialcóxido de dialquil estaño en un reactor de tipo columna. Aunque pueden ser utilizados materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y se pueden utilizar preferentemente. Aparatos de proceso conocidos tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un generador de vapor ("reboiler"), una bomba o un condensador y similares se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tal como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento.

Además, aunque la composición que contiene un dialcóxido de dialquil estaño obtenido con el procedimiento de preparación mencionado anteriormente contiene principalmente dialcóxido de dialquil estaño y tetraalquil dialcoxi diestanoxano, el tetraalquil dialcoxi diestanoxano es un compuesto representado por la fórmula (35) mencionada anteriormente.

Ejemplos de R^1 en la fórmula (35) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos de hidrocarburos alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono, tal como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (incluyendo isómeros), un grupo butilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilo (incluyendo isómeros), un grupo octilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilo (incluyendo isómeros), un grupo decilo (incluyendo isómeros), un grupo undecilo (incluyendo isómeros) o un grupo dodecilo (incluyendo isómeros). Ejemplos más preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilo saturados lineales o ramificados que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, mientras que ejemplos incluso más preferentes de los mismos pueden incluir un grupo n-butilo y un grupo n-octilo.

Ejemplos específicos de compuestos representados por la fórmula (35) pueden incluir 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dietoxi diestanoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dihexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diheptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dioctiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dietoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipropoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dihexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-diheptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dioctiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dietoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipropoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dihexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros),

1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diheptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros) y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dioctiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros).

Aunque se ha descrito anteriormente, en general, los compuestos orgánicos de estaño adoptan fácilmente una estructura asociada. Por ejemplo, se sabe que los compuestos de dialcóxido de dialquil estaño forman una estructura de dímero, mientras que se sabe que los compuestos de tetraalquil dialcoxi diestanoxano existen formando estructuras de escalera, en la que están asociadas dos o tres moléculas. Incluso en los casos en los que dichos estados asociados cambian, es común que los expertos en la materia expresen estos compuestos en términos de su estructura monomérica.

La etapa (a) es una etapa para hacer reaccionar el dialcóxido de dialquil estaño representado por la fórmula (34) anterior con dióxido de carbono para obtener un líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico y un tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la fórmula (35) anterior y/o un conjugado de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono. Esta etapa utiliza preferentemente un procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico descrito previamente (tal como el descrito en el documento WO 03/055840 o WO 04/014840).

El dialcóxido de dialquil estaño utilizado en esta etapa puede ser el dialcóxido de dialquil estaño preparado mediante la reacción entre el óxido de dialquil estaño y el alcohol, tal como se describió anteriormente, o un dialcóxido de dialquil estaño regenerado en la etapa (c) mediante un procedimiento de producción continuo, que se describirá más adelante. Además, también puede ser suministrado desde una etapa en la que se regeneran dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano, como se describirá más adelante.

En la etapa (a), dióxido de carbono gaseoso es absorbido por el dialcóxido de dialquil estaño mencionado anteriormente para provocar una reacción química para obtener una mezcla que contiene un conjugado de dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono.

Cuando se lleva a cabo esta reacción química, el dialcóxido de dialquil estaño se hace reaccionar en estado líquido o llevándolo a un estado líquido con un disolvente y similares. Cuando se lleva a un estado líquido, el dialcóxido de dialquil estaño se lleva a estado líquido preferentemente mediante calentamiento. También se puede llevar a estado líquido con un disolvente. Aunque varía según la temperatura de reacción, la presión de reacción está preferentemente en el intervalo de una presión normal a 1 MPa y, más preferentemente, en el intervalo de una presión normal a 0,6 MPa. Aunque varía según la presión de reacción, la temperatura de reacción está preferentemente en el intervalo de -40 a 80°C, y en consideración de la fluidez durante la transferencia, más preferentemente de 0 a 80°C y lo más preferente en el intervalo de una temperatura normal (por ejemplo, 20°C) a 80°C. El tiempo de reacción puede encontrarse en el intervalo de varios segundos a 100 horas, y en consideración de la productividad y similares, es preferentemente de varios minutos a 10 horas. Se puede utilizar un reactor de tipo tanque o reactor de tipo columna para el reactor. Además, se pueden utilizar una pluralidad de recipientes de reacción en combinación. Puesto que la reacción es una reacción entre el dióxido de carbono gaseoso (gas) y el dialcóxido de dialquil estaño (líquido), con el fin de llevar a cabo la reacción de manera eficiente, es preferente aumentar el área de superficie de contacto entre el gas y el líquido aumentando la interfase gas-líquido. Se pueden utilizar hallazgos conocidos para el método de reacción, mientras que se aumenta la interfase gas-líquido de esta manera, y ejemplos de los métodos preferentes de los mismos pueden incluir el aumento de la velocidad de agitación o la generación de burbujas en el líquido en el caso de un reactor de tipo tanque, y utilizar una columna de relleno o utilizar una columna de placas en el caso de un reactor de tipo columna. Ejemplos de dichos recipientes de reacción de tipo columna pueden incluir columnas de placas del tipo que utilizan una bandeja, tales como una bandeja de burbujas, una bandeja de placa porosa, una bandeja de válvula o una bandeja a contracorriente, y columna de relleno del tipo de relleno con diversos tipos de materiales de relleno tales como un anillo Raschig, un anillo Lessing, un anillo "pole", una "silla de montar" Berl, una "silla de montar" de Interlock, un relleno Dixon, un relleno McMahon, Helipack, un relleno Sulzer o Mellapak. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y pueden ser utilizados preferentemente. Aparatos de proceso conocidos tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un generador de vapor ("reboiler"), una bomba o un condensador y similares se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tal como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento. Puesto que la reacción es generalmente una reacción exotérmica, el reactor se puede enfriar o puede ser enfriado por la disipación del calor del mismo. Alternativamente, el reactor también se puede calentar, si el propósito es la combinación con una reacción de esterificación de ácido carbónico. Se puede utilizar un método conocido tal como un método que utiliza una camisa de calentamiento o un método que utiliza un serpentín interno para calentar y enfriar el reactor. El dióxido de carbono gaseoso y la composición de dialcóxido dialquil estaño, suministrados al reactor, pueden suministrarse al reactor por separado o pueden ser mezclados antes de suministrarlos al reactor. Estos componentes también pueden ser suministrados a través de una pluralidad de ubicaciones en el reactor. La finalización de la reacción se puede determinar mediante, por ejemplo, análisis de ¹¹⁹Sn-RMN.

A continuación, se obtiene un líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico a partir del conjugado de dialcóxido de dialquil estaño obtenido anteriormente y el dióxido de carbono, según el método que se describe a continuación.

5 Las condiciones de la reacción son tales que la reacción es llevada a cabo en el intervalo de 110 a 200°C, si bien una temperatura alta es preferente para la temperatura de reacción, a fin de acelerar la velocidad de la reacción, puesto que pueden ocurrir reacciones indeseables tales como la descomposición a altas temperaturas, disminuyendo así el rendimiento, la temperatura de reacción más preferentemente se encuentra en el intervalo de 120 a 180°C, el tiempo de reacción se encuentra preferentemente en el intervalo de 0,1 a 10 horas, y la presión de
10 reacción se encuentra en el intervalo de 1,5 a 20 MPa, y preferentemente de 2,0 a 10 MPa. La reacción se termina después que se ha formado el éster de ácido carbónico deseado en el reactor. La progresión de la reacción se puede confirmar, por ejemplo, mediante la toma de muestras del líquido de reacción en el reactor, y analizando el éster de ácido carbónico formado mediante un método tal como ¹H-RMN o cromatografía de gases. Por ejemplo, la reacción se puede terminar después de que se ha formado 10% o más del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o conjugado del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono basado en su relación molar o en el caso de desear aumentar el rendimiento de éster del ácido carbónico, la reacción se puede terminar después de continuar hasta que este valor es de 90% o más. Se puede utilizar un reactor conocido para el reactor, y se puede utilizar preferentemente un reactor de tipo de columna o un reactor de tipo tanque. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y se pueden utilizar preferentemente. Aparatos de proceso conocidos tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un generador de vapor ("reboiler"), una bomba o un condensador y similares se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tal como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento.

A continuación, se facilita una explicación de la etapa (b). Esta etapa es una etapa para la separación del éster de ácido carbónico del líquido de reacción que contiene el éster de ácido carbónico obtenido en la etapa (a), para obtener un líquido residual que contiene un tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono. Se puede utilizar preferentemente un método y aparato conocidos para el procedimiento de separación. Un procedimiento de separación preferente es la separación por destilación.

Se obtienen éster de ácido carbónico y residuo de destilación por destilación por lotes o semicontinua, o continua del líquido de reacción transferido desde la etapa (a). Un ejemplo preferente de un método de destilación puede incluir suministrar el líquido de reacción a un destilador, separar el éster de ácido carbónico en forma de un componente de la fase gaseosa por la parte superior del destilador del sistema, y extraer el residuo de destilación en forma de un componente líquido de la parte inferior del destilador. Aunque varía según el punto de ebullición del éster de ácido carbónico y de la presión, la temperatura en esta etapa se encuentra en el intervalo de una temperatura normal (por ejemplo, 20°C) a 200°C, y dado que hay casos en los que puede ocurrir la desnaturalización de los compuestos de estaño en el residuo de destilación o la cantidad de éster de ácido carbónico puede disminuir debido a una reacción inversa a altas temperaturas, la temperatura de reacción está preferentemente en el intervalo de una temperatura normal (por ejemplo, 20°C) a 150°C. Aunque varía según el tipo de éster de ácido carbónico y la temperatura a la que se lleva a cabo la reacción, la reacción se lleva a cabo generalmente en condiciones de presión normal a condiciones de presión reducida, y en consideración a la productividad, la presión está más preferentemente en el intervalo de 100 Pa a 80 kPa y, más preferentemente, en el intervalo de 100 Pa a 50 kPa. La reacción se puede llevar a cabo en un tiempo de reacción en el intervalo de 0,01 a 10 horas, y dado que hay casos en los que los compuestos de estaño contenidos en el líquido de reacción se desnaturalizan y casos en los que la cantidad de éster de ácido carbónico disminuye debido a una reacción inversa cuando la reacción se lleva a cabo durante un largo periodo de tiempo a altas temperaturas, el tiempo de reacción está preferentemente en el intervalo de 0,01 a 0,5 horas, y más preferentemente en el intervalo de 0,01 a 0,3 horas. Se puede utilizar un destilador conocido para el destilador, se puede utilizar preferentemente un destilador de tipo columna o un destilador de tipo tanque, o se pueden utilizar una pluralidad de tipos en combinación. Destiladores más preferentes pueden incluir un evaporador de película delgada y un destilador de película delgada, y es más preferente un evaporador de película delgada provisto de una columna de destilación o un destilador de película delgada. Si bien se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y se pueden utilizar preferentemente. Aparatos de proceso conocidos tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un generador de vapor ("reboiler"), una bomba o un condensador y similares se pueden añadir en caso necesario, se puede utilizar un método conocido tal como vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar para la refrigeración un método conocido, tal como refrigeración por aire, refrigeración por agua o salmuera.

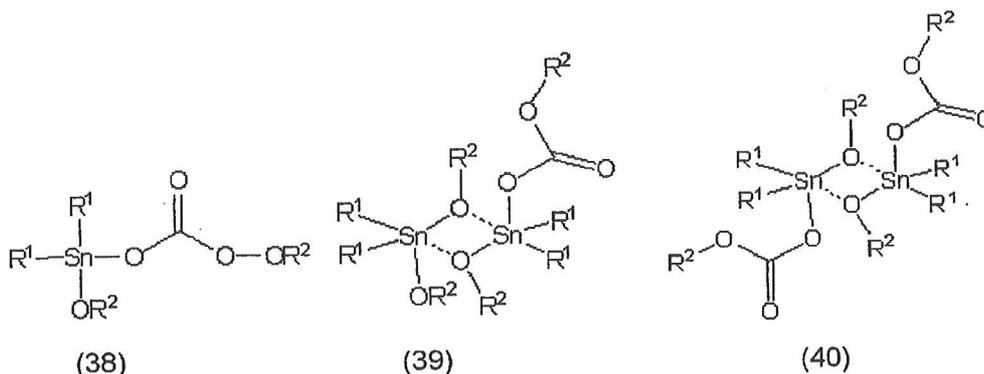
Aunque los términos "conjugado del dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono" y "conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono" se utilizan en las explicaciones mencionadas anteriormente de la etapa (a) y la etapa (b), a continuación se facilita una explicación de los mismos.

65

Un conjugado de un dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono, tal como se utiliza en el presente documento, se refiere a una estructura en la que la parte del grupo alcóxido del dialcóxido de dialquil estaño está sustituida parcial o totalmente (o transformada) con un enlace carbonato. De manera similar, un conjugado de un tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono se refiere a una estructura en la que la parte del grupo alcoxi del tetraalquil dialcoxi diestanoxano está sustituida parcial o totalmente (o transformada) con un enlace carbonato.

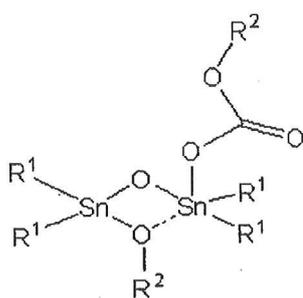
Además, a continuación se facilita una explicación de un conjugado de un dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono y un conjugado de un tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono en la presente invención mediante los siguientes ejemplos. Tal como se ha descrito anteriormente, un conjugado de un dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono se refiere a una estructura en la que la parte del grupo alcoxi del dialcóxido de dialquil estaño está sustituida parcial o totalmente (o transformada) con un grupo carbonato. Aunque la presencia de enlaces de este conjugado con dióxido de carbono se puede confirmar mediante la combinación de métodos conocidos tales como ^{119}Sn -RMN, ^{13}C -RMN, ^1H -RMN y análisis estructural por rayos X, dado que hay muchos casos en los que la estructura del conjugado de la dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono es compleja y puede ser imposible de identificar con las técnicas de análisis actuales, el conjugado del dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono de la presente invención no se limita a los ejemplos estructurales que se indican a continuación. De manera similar, dado que también hay muchos casos en los que el conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono también tiene una estructura compleja, y puede ser imposible de identificar con las técnicas de análisis actuales, el conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono de la presente invención tampoco se limita a los ejemplos estructurales que se indican a continuación.

Ejemplos de conjugados del dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono correspondientes al dialcóxido de dialquil estaño representado por la fórmula (34) mencionada anteriormente pueden incluir aquellos que tienen fórmulas estructurales representadas por las siguientes fórmulas (38), (39) y (40). Además, estos compuestos pueden ser monómeros o formas asociadas, y pueden ser multímeros o polímeros:

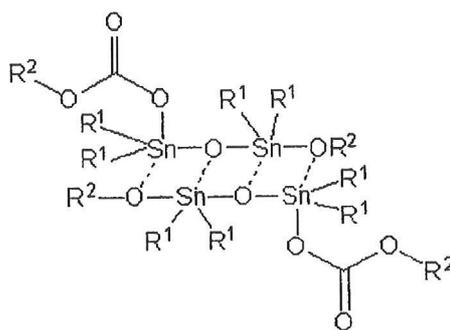


(en las que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y cada R^2 representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH_2 - (en el que Y representa un grupo polialquileno de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado)).

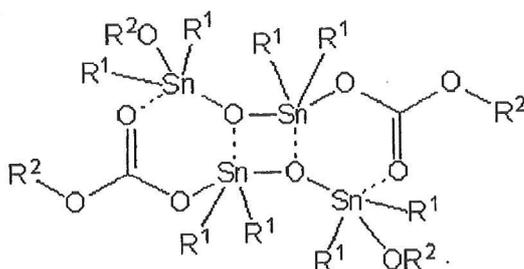
Ejemplos de conjugados de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono correspondientes al tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la fórmula (35) mencionada anteriormente pueden incluir aquellos que tienen fórmulas estructurales representadas por las siguientes fórmulas (41), (42) y (43). Además, estos compuestos pueden ser monómeros o formas asociadas, y pueden ser multímeros o polímeros:



(41)



(42)



(43)

(en las que

5 cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y

10 cada R^2 representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo $Y-CH_2-$ (en el que Y representa un grupo polialquileno de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado)).

15 Ejemplos de R^1 y R^2 de los conjugados representados por las fórmulas (38) a (43) anteriores pueden incluir aquellos descritos anteriormente, y ejemplos de dichos conjugados con dióxido de carbono pueden incluir alcoxi-
 20 alquilcarbonato-dialquil estaño y aralquiloxi-aralquilcarbonato-dialquil estaño, tales como metoxi-metilcarbonato-dibutil estaño, etoxi-etilcarbonato-dibutil estaño, propoxi-propilcarbonato-dibutil estaño (incluyendo isómeros), butoxi-butilcarbonato-dibutil estaño (incluyendo isómeros), pentiloxi-pentilcarbonato-dibutil estaño (incluyendo isómeros), hexiloxi-hexilcarbonato-dibutil estaño (incluyendo isómeros), heptiloxi-heptilcarbonato-dibutil estaño (incluyendo isómeros), benciloxi-bencilcarbonato-dibutil estaño (incluyendo isómeros), metoxi-metilcarbonato-dioctil estaño, etoxi-etilcarbonato-dioctil estaño, propoxi-propilcarbonato-dioctil estaño (incluyendo isómeros), butoxi-butilcarbonato-dioctil estaño (incluyendo isómeros), pentiloxi-pentilcarbonato-dioctil estaño (incluyendo isómeros), hexiloxi-hexilcarbonato-dioctil estaño (incluyendo isómeros), heptiloxi-heptilcarbonato-dioctil estaño (incluyendo isómeros) o benciloxi-bencilcarbonato-dioctil estaño (incluyendo isómeros); y, 1-alcoxi-3-alquilcarbonato-1,1,3,3-tetraalquil diestanoxanos y 1-aralquiloxi-3-aralquilcarbonato-1,1,3,3-tetraalquil diestanoxanos tales como 1-metoxi-3-metilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil diestanoxano, 1-etoxi-3-etilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil diestanoxano, 1-propoxi-3-propilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-butoxi-3-butilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-pentiloxi-3-pentilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-hexiloxi-3-hexilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-heptiloxi-3-heptilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-benciloxi-3-bencilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-metoxi-3-metilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil diestanoxano, 1-etoxi-3-etilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil diestanoxano, 1-propoxi-3-propilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-butoxi-3-butilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-pentiloxi-3-pentilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-hexiloxi-3-hexilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-heptiloxi-3-heptilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil diestanoxano (incluyendo isómeros), 1-benciloxi-3-bencilcarbonato, 1,3,3-tetraoctil diestanoxano (incluyendo isómeros). Un compuesto del grupo mencionado anteriormente se puede seleccionar solo o se puede seleccionar una mezcla de compuestos del
 35 grupo mencionado anteriormente.

Entre los conjugados con dióxido de carbono representados por las fórmulas (38) a (43) anteriores, son preferentes aquellos en los que R^1 se selecciona entre un grupo n-butilo y un grupo n-octilo.

(en las que cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquileno de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado)).

Ejemplos de estos conjugados de compuestos de alcóxido de monoalquil estaño y dióxido de carbono pueden incluir alquil-alcoxi-di-alquilcarbonato estaño y alquil-aralquiloxi-di-aralquilcarbonato estaño tales como butil-metoxi-dimetilcarbonato estaño, butil-etoxi-di-etilcarbonato estaño, butil-propoxi-di-propilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), butil-butoxi-di-butilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), butil-pentiloxi-di-pentilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), butil-hexiloxi-di-hexilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), butilheptiloxi-di-heptilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), butil-benciloxi-di-bencilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), octil-metoxi-dimetilcarbonato estaño, octil-etoxi-di-etilcarbonato estaño, octil-propoxi-di-propilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), octil-butoxi-di-butilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), octil-pentiloxi-di-pentilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), octil-hexiloxi-di-hexilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), octil-heptiloxi-di-heptilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), octil-benciloxi-di-bencilcarbonato estaño (incluyendo isómeros); óxidos de alquil-alquilcarbonato estaño y óxidos de alquil-aralquilcarbonato estaño tales como óxido de butil-metilcarbonato estaño, óxido de butil-etilcarbonato estaño, óxido de butil-propilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-butilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-pentilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-hexilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-heptilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de butil-bencilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-metilcarbonato de estaño, óxido de octil-etilcarbonato estaño, óxido de octil-propilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-butilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-pentilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-hexilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-heptilcarbonato estaño (incluyendo isómeros), óxido de octil-bencilcarbonato estaño (incluyendo isómeros); y, trialquil-di-alquilcarbonato-alcoxi diestanoxanos y trialquil-diaralquilcarbonato-aralquiloxi diestanoxanos tales como 1,1,3-tributil-1,3-di-metilcarbonato-3-metoxi diestanoxano, 1,1,3-tributil-1,3-di-etilcarbonato-3-etoxi diestanoxano, 1,1,3-tributil-1,3-di-propilcarbonato-3-propoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3-tributil-1,3-di-butilcarbonato-3-butoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3-tributil-1,3-di-pentilcarbonato-3-pentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3-tributil-1,3-di-hexilcarbonato-3-hexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3-tributil-1,3-di-heptilcarbonato-3-heptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3-tributil-1,3-di-bencilcarbonato-3-benciloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3-di-metilcarbonato-3-metoxi diestanoxano, 1,1,3-trioctil-1,3-di-etilcarbonato-3-etoxi diestanoxano, 1,1,3-trioctil-1,3-di-propilcarbonato-3-propoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3-di-butilcarbonato-3-butoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3-di-pentilcarbonato-3-pentiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3-di-hexilcarbonato-3-hexiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3-di-heptilcarbonato-3-heptiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros) o 1,1,3-trioctil-1,3-di-bencilcarbonato-3-benciloxi diestanoxano (incluyendo isómeros). Se puede seleccionar un compuesto del grupo mencionado anteriormente solo o se puede seleccionar una mezcla de compuestos del grupo mencionado anteriormente.

Los ejemplos más preferentes de los mismos pueden incluir (n-butil)-di-(n-butilcarbonato)-(n-butoxi) estaño, (n-butil)-di-(n-pentilcarbonato)-(n-pentiloxi) estaño, (n-butil)-bis-(3-metilbutilcarbonato)-(3-metilbutoxi) estaño, (n-butil)-di-(n-hexilcarbonato)-(n-hexiloxi) estaño, (n-butil)-bis-(2-etilbutilcarbonato)-(2-etilbutoxi) estaño, (n-octil)-di-(n-butilcarbonato)-(n-butoxi) estaño, (n-octil)-di-(n-pentilcarbonato)-(n-pentiloxi) estaño, (n-octil)-di-(n-hexilcarbonato)-(n-hexiloxi) estaño, (n-octil)-bis-(3-metilbutilcarbonato)-(3-metilbutoxi) estaño, (n-octil)-bis-(2-etilbutilcarbonato)-(2-etilbutoxi) estaño, óxido de (n-butil)-(n-butilcarbonato) de estaño, óxido de (n-butil)-(n-pentilcarbonato) de estaño, óxido de (n-butil)-(3-metilbutilcarbonato) de estaño, óxido de (n-butil)-(n-hexilcarbonato) de estaño, óxido de (n-butil)-(2-etilbutilcarbonato) de estaño, óxido de (n-octil)-(n-butilcarbonato) de estaño, óxido de (n-octil)-(n-pentilcarbonato) de estaño, óxido de (n-octil)-(n-hexilcarbonato) de estaño, óxido de (n-octil)-(3-metilbutilcarbonato) de estaño, óxido de (n-octil)-(2-etilbutilcarbonato) de estaño, 1,1,3-tri-(n-butil)-1,3-di-(n-butilcarbonato)-3-(n-butoxi) diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-butil)-1,3-di-(n-pentilcarbonato)-3-(n-pentiloxi) diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-butil)-1,3-bis-(3-metilbutilcarbonato)-3-(3-metilbutoxi) diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-butil)-1,3-di-(n-hexilcarbonato)-3-(n-hexiloxi) diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-butil)-1,3-bis-(2-etilbutilcarbonato)-3-(2-etilbutoxi) diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-octil)-1,3-di-(n-butilcarbonato)-3-(n-butoxi) diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-octil)-1,3-di-(n-pentilcarbonato)-3-(n-pentiloxi) diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-octil)-1,3-bis-(3-metilbutilcarbonato)-3-(3-metilbutoxi) diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-octil)-1,3-di-(n-hexilcarbonato)-3-(n-hexiloxi) diestanoxano y 1,1,3-tri-(n-octil)-1,3-bis-(2-etilbutilcarbonato)-3-(2-etilbutoxi) diestanoxano.

Cada uno de los conjugados de dióxido de carbono y los compuestos de dialcóxido de dialquil estaño, tetraalquil dialcoxi diestanoxano y alcóxido de trialquil estaño mencionados anteriormente pueden ser mezclas, se pueden utilizar solos, o se pueden estar coordinados o asociados entre sí. En general, es difícil identificar las estructuras de alcóxido de alquil estaño dado que sus ligandos se intercambian con facilidad, y pueden estar presentes otros conjugados coordinados o asociados con dióxido de carbono diferentes a los indicados anteriormente. Sin embargo, ya que esto es debido simplemente a que es imposible identificarlo con las técnicas analíticas actuales, los

conjugados de dióxido de carbono y compuestos de dialcóxidos de dialquil estaño, tetraalquil dialcoxi diestanoxanos, alcóxido de trialquil-estaño, y alcóxido de monoalquil estaño basado en las definiciones de los grupos alquilo, grupos alcoxi y grupos carbonato tal como se describió anteriormente, también se pueden utilizar en la presente realización.

5 A continuación, se facilita una explicación de la etapa (c). La etapa (c) es una etapa para hacer reaccionar el líquido residual obtenido en la etapa (b) con un alcohol representado por la fórmula (36) mencionada anteriormente, y eliminar el agua formada como un subproducto mediante destilación y regenerar dialcóxido de dialquil estaño para utilizar el dialcóxido de dialquil estaño como el dialcóxido de dialquil estaño de la etapa (a).

10 Ejemplos de alcoholes representados por la fórmula (36) pueden incluir metanol, etanol, propanol (incluyendo isómeros), butanol (incluyendo isómeros), pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros), heptanol (incluyendo isómeros), octanol (incluyendo isómeros), nonanol (incluyendo isómeros) y decanol (incluyendo isómeros), y se utilizan preferentemente alcoholes en los que el número de átomos de carbono que constituyen el alcohol es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 12. Ejemplos más preferentes de los mismos pueden incluir etanol, propanol (incluyendo isómeros), butanol (incluyendo isómeros), pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros), heptanol (incluyendo isómeros) y octanol (incluyendo isómeros), mientras que ejemplos aún más preferentes de los mismos pueden incluir los mismos alcoholes que los utilizados en la preparación de dialcóxido de dialquil estaño, tal como se ha descrito previamente.

20 La eliminación del agua formada como subproducto en la reacción mediante destilación se lleva a cabo preferentemente bajo las mismas condiciones que la destilación de agua en la preparación de dialcóxido de dialquil estaño como se ha descrito anteriormente. La reacción se puede terminar una vez que se ha obtenido una composición que contiene la cantidad deseada de dialcóxido de dialquil estaño. La progresión de la reacción también se determina mediante la medición de la cantidad de agua extraída hacia fuera del sistema, y también se puede determinar mediante un método que utiliza ^{119}Sn -RMN mediante el muestreo del líquido de reacción. En la utilización de la composición que contiene el dialcóxido de dialquil estaño en la etapa (a), la reacción se termina después de confirmar la obtención de una composición en la que la relación molar de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dialcóxido de dialquil estaño contenido en la composición de alcóxido de alquil estaño obtenido en la reacción anterior, cuando se expresa como la relación molar combinada de ambos, se encuentra en el intervalo de 0:100 a 80:20 y más preferentemente en el intervalo de 10:90 a 70:30. El alcohol utilizado se puede utilizar mientras sigue presente en el sistema de reacción, y el alcohol también se puede utilizar mediante destilación del alcohol en función del caso. Dado que existe la ventaja de ser capaz de reducir el tamaño de los recipientes de reacción de las otras etapas, es preferente eliminar tanto alcohol como sea posible. La eliminación mediante la conocida destilación es preferente como método de eliminación, y se puede utilizar equipo de destilación conocido para el destilador utilizado para la destilación. Se utiliza preferentemente un aparato de destilación de película delgada para el aparato de destilación, dado que el alcohol se puede eliminar en un corto período de tiempo.

Hay pocas restricciones para el reactor utilizado en la etapa (c), ya que, a diferencia del procedimiento de preparación de dialcóxido de dialquil estaño mediante una reacción entre óxido de dialquil estaño y alcohol, óxido de dialquil estaño, que están generalmente en forma de un sólido, no se utiliza. Es decir, no existen limitaciones en particular para el tipo de reactor de la reacción de deshidratación, y se puede utilizar un depósito de reacción de tipo tanque o de tipo columna conocidos. Una mezcla de reacción de bajo punto de ebullición que contiene agua se extrae en forma de gas del reactor por destilación, mientras que una mezcla de reacción con elevado punto de ebullición que contiene un dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano producidos se extrae en forma de un líquido de una parte inferior del reactor. Se utilizan varios métodos conocidos para dicho reactor, ejemplos de los cuales pueden incluir tipos que utilizan recipientes de reacción que contienen un tanque de agitación, un tanque de agitación multietapas, una columna de destilación, una columna de destilación multietapas, un reactor multitubular, una columna de destilación multietapa continua, una columna de relleno, un evaporador de película fina, un reactor provisto de un soporte en el interior, un reactor de circulación forzada, un evaporador de película descendente, un evaporador de gota descendiente, un reactor de flujo de goteo o una columna de burbujas, y tipos que utilizan combinaciones de los mismos. Los métodos que utilizan un reactor de columna son preferentes desde el punto de vista de desplazar eficientemente el equilibrio hacia el lado de los productos, mientras que una estructura que tiene un área de contacto gas-líquido grande es preferente por ser capaz de transferir rápidamente el agua formada a la fase gaseosa. Son particularmente preferentes los métodos continuos que utilizan un reactor multitubular, una columna de destilación multietapas o una columna de relleno rellena con un relleno. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y se pueden utilizar preferentemente. Aparatos de proceso conocidos tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un generador de vapor ("reboiler"), una bomba o un condensador y similares, se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tal como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento.

65 Aunque en la descripción anterior se ha indicado un ejemplo de preparación de éster de ácido carbónico utilizando dialcóxido de dialquil estaño, durante el curso de la preparación de este éster de ácido carbónico se forman compuestos de alcóxido de monoalquil estaño y compuestos de alcóxido de trialquil estaño. Estos compuestos de

alcóxido de monoalquil estaño y compuestos de alcóxido de trialquil estaño se acumulan gradualmente en el sistema de reacción ya que la producción de éster de ácido carbónico se repite, y puede causar una disminución en la velocidad de reacción o una disminución en el rendimiento del éster de ácido carbónico. Por lo tanto, es preferente extraer una parte de la composición de alquil estaño que contiene compuestos de alcóxido de monoalquil estaño, compuestos de alcóxido de trialquil estaño del sistema de reacción, utilizar esta composición de alquil estaño extraída como la composición de alquil estaño de la fase (1) mencionada anteriormente, obtener una composición de alquil estaño de la etapa (2), y regenerar dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano mediante una reacción entre la composición de alquil estaño y un éster de ácido carbónico y/o alcohol. Esta regeneración del alcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano se lleva a cabo preferentemente después de la etapa (b) y/o la etapa (c), y el dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano regenerados se utilizan como el dialcóxido de dialquil estaño de la etapa (a) y/o la materia prima de la etapa (c) mediante el mezclado con el líquido residual de la etapa (b).

La figura 2 ilustra un diagrama de flujo para explicar un procedimiento mejorado para preparar éster de ácido carbónico, que combina un procedimiento de preparación de un éster de ácido carbónico y el procedimiento de preparación del compuesto de dialquil estaño, según la presente realización. Tal como se ha descrito anteriormente, una parte o la totalidad de la composición de alquil estaño extraída en la etapa (b) y/o la etapa (c) del procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico se utiliza como la materia prima de la etapa (1). El dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano obtenidos mediante la etapa (1) a (2) y la etapa (Z) puede ser utilizado como el dialcóxido de dialquil estaño de la etapa (a), o pueden ser utilizados como materia prima de la etapa (c) mediante el mezclado con el líquido residual de la etapa (b). En la preparación de éster de ácido carbónico, el compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y el compuesto de alcóxido de trialquil estaño formados mediante la reacción de desproporción de grupos alquilo del dialcóxido de dialquil estaño y/o el tetraalquil dialcoxi diestanoxano no tienen actividad como catalizadores para la preparación de éster de ácido carbónico y se requiere que sean eliminados del sistema como una forma llamada desactivada, por lo que se requiere eliminar la forma desactivada del sistema. Según el procedimiento de preparación mejorado de éster de ácido carbónico de la presente realización, el alcóxido de monoalquil estaño y alcóxido de trialquil estaño se regeneran en forma de dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano, lo que ofrece las ventajas de ser capaz de ser reutilizados como catalizadores para la preparación de éster de ácido carbónico, mientras que también reduce significativamente la cantidad de productos de desecho formados.

Tal como se ha explicado anteriormente, aunque el procedimiento de preparación del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano (etapa (Z)) de la presente invención tiene como característica una sola etapa en un procedimiento de regeneración de dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano a partir del compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y/o el compuesto de alcóxido de trialquil estaño formado en el procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico, separado de éste, también tiene la característica de ser una única etapa en el procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico, a diferencia del procedimiento mencionado anteriormente en la forma del procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico que lleva a cabo las siguientes etapas (A) y (B), utilizando el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano preparado en el procedimiento de la presente realización, como materias primas:

etapa (A): hacer reaccionar un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, preparados en el procedimiento de preparación de la presente realización, con dióxido de carbono para obtener un líquido de reacción que contiene un éster de ácido carbónico y un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono; y,

etapa (B): separar el éster de ácido carbónico del líquido de reacción mediante destilación a fin de obtener un líquido residual que contiene tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono .

La etapa (A) es similar a la etapa (a) mencionada anteriormente, con la excepción de utilizar el compuesto dialcóxido de dialquil estaño preparado en la etapa (Z) en lugar de un dialcóxido de dialquil estaño, y puede llevarse a cabo según el procedimiento que se indica a continuación. Un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño preparado en la etapa (Z) en los diagramas de flujo mostrados en las figuras 1 y 2, por ejemplo, o un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño preparado llevando a cabo la etapa (Z), utilizando un compuesto de alquil estaño obtenido en la etapa (C), que se describirá más adelante, puede ser utilizado como el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño preparado en la etapa (Z).

En la etapa (A), el dióxido de carbono gaseoso se absorbe en el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano preparado en la etapa (Z), y se deja reaccionar químicamente para obtener una mezcla que contiene un conjugado de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono.

Durante esta reacción química, el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño se hace reaccionar en forma líquida o llevándolo a forma líquida con un disolvente y similares. Un método en el que el compuesto se lleva a forma líquida

mediante calentamiento se utiliza preferentemente para llevar el compuesto a forma líquida, y el compuesto también se puede llevar a forma líquida con un disolvente y similares. Aunque varía según la temperatura de reacción, la presión a la que se lleva a cabo la reacción está preferentemente en el intervalo de presión normal a 1 MPa, y más preferentemente en el intervalo de presión normal de 0,6 MPa. Aunque varía según la presión de reacción, la temperatura de reacción está preferentemente en el intervalo de -40 a 80°C, y en consideración de la fluidez durante la transferencia, más preferentemente de 0 a 80°C y lo más preferente en el intervalo de una temperatura normal (por ejemplo, 20°C) a 80°C. El tiempo de reacción puede estar en el intervalo de varios segundos a 100 horas, y en consideración de la productividad y similares, es preferentemente de varios minutos a 10 horas. Se puede utilizar un reactor de tipo tanque o reactor de tipo columna para el reactor. Además, se pueden utilizar una pluralidad de recipientes de reacción en combinación. Puesto que la reacción es una reacción entre el dióxido de carbono gaseoso (gas) y el dialcóxido de dialquil estaño (líquido), con el fin de llevar a cabo la reacción de manera eficiente, es preferente aumentar el área de superficie de contacto entre el gas y el líquido aumentando las dimensiones de la interfase gas-líquido. Se puede utilizar un método conocido para la reacción, mientras se aumentan las dimensiones de la interfase gas-líquido de esta manera, y ejemplos de los métodos preferentes de los mismos pueden incluir el aumento de la velocidad de agitación o la generación de burbujas en el líquido en el caso de un reactor de tipo tanque, y utilizar una columna de relleno o utilizar una columna de placas en el caso de un reactor de tipo columna. Ejemplos de dichos recipientes de reacción de tipo columna pueden incluir columnas de placas del tipo que utilizan una bandeja tales como una bandeja de burbujas, una bandeja de placa porosa, una bandeja de válvula o una bandeja a contracorriente, y columna de relleno del tipo relleno con diversos tipos de materiales de relleno tales como un anillo Raschig, un anillo Lessing, un anillo "pole", una "silla de montar" Berl, una "silla de montar" Interlock, un relleno Dixon, un relleno McMahon, Helipack, Sulzer o Mellapak. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y pueden ser utilizados preferentemente. Aparatos de proceso conocidos tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un generador de vapor ("reboiler"), una bomba o un condensador y similares se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tal como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento. Puesto que la reacción es generalmente una reacción exotérmica, el reactor se puede enfriar o puede ser enfriado por la disipación del calor del mismo. Alternativamente, el reactor también se puede calentar, si el propósito es la combinación con una reacción de esterificación de ácido carbónico. Se puede utilizar un método conocido tal como un método que utiliza una camisa de calentamiento o un método que utiliza un serpentín interno para calentar y enfriar el reactor. El dióxido de carbono gaseoso y la composición de dialcóxido dialquil estaño, suministrados al reactor, pueden suministrarse al reactor por separado o pueden ser mezclados antes de suministrarlos al reactor. Estos componentes también pueden ser suministrados a través de una pluralidad de ubicaciones en el reactor. La finalización de la reacción se puede determinar mediante, por ejemplo, análisis de ¹¹⁹Sn-RMN.

A continuación, se obtiene un líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico a partir del conjugado de dialcóxido de dialquil estaño obtenido anteriormente y el dióxido de carbono, según el método que se describe a continuación.

Las condiciones de la reacción son tales que la reacción es llevada a cabo en el intervalo de 110 a 200°C, y si bien una temperatura alta es preferente para la temperatura de reacción, a fin de acelerar la velocidad de la reacción, puesto que pueden ocurrir reacciones indeseables tales como la descomposición a altas temperaturas, disminuyendo así el rendimiento, la temperatura de reacción más preferentemente se encuentra en el intervalo de 120 a 180°C, el tiempo de reacción se encuentra preferentemente en el intervalo de 0,1 a 10 horas, y la presión de reacción se encuentra en el intervalo de 1,5 a 20 MPa, y preferentemente de 2,0 a 10 MPa. La reacción se termina después que se ha formado el éster de ácido carbónico deseado en el reactor. La progresión de la reacción se puede confirmar, por ejemplo, mediante la toma de muestras del líquido de reacción en el reactor, y analizando el éster de ácido carbónico formado mediante un método tal como ¹H-RMN o cromatografía de gases. Por ejemplo, la reacción se puede terminar después de que 10% o más del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o conjugado del compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono basado en la relación molar o en el caso de desear aumentar el rendimiento de éster del ácido carbónico, la reacción se puede terminar después de continuar hasta que este valor es de 90% o más. Se puede utilizar un reactor conocido para el reactor, y se puede utilizar preferentemente un reactor de tipo de columna o un reactor de tipo tanque. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y se pueden utilizar preferentemente. Aparatos de proceso conocidos tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un generador de vapor ("reboiler"), una bomba o un condensador y similares se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tal como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento.

A continuación, se facilita una explicación de la etapa (B). Esta etapa es una etapa para la separación de éster de ácido carbónico del líquido de reacción que contiene el éster de ácido carbónico obtenido en la etapa (A), para obtener un líquido residual que contiene un tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono. Se puede utilizar preferentemente un método y aparato conocidos para el procedimiento de separación. Un procedimiento de separación preferente es la separación por destilación.

Se obtienen éster de ácido carbónico y residuo de destilación por destilación por lotes o semicontinua, o continua del líquido de reacción transferido desde la etapa (A). Un método de destilación preferente comprende suministrar el líquido de reacción a un destilador, separar el éster de ácido carbónico en forma de un componente de la fase gaseosa por la parte superior del destilador fuera del sistema, y extraer el residuo de destilación en forma de un componente líquido de la parte inferior del destilador. Aunque varía según el punto de ebullición del éster de ácido carbónico y de la presión, la temperatura en esta etapa se encuentra en el intervalo de una temperatura normal (por ejemplo, 20°C) a 200°C, y dado que hay casos en los que puede ocurrir la desnaturalización de los compuestos de estaño en el residuo de destilación o la cantidad de éster de ácido carbónico puede disminuir debido a una reacción inversa a altas temperaturas, la temperatura de reacción está preferentemente en el intervalo de una temperatura normal (por ejemplo, 20°C) a 150°C. Aunque varía según el tipo de éster de ácido carbónico y la temperatura a la que se lleva a cabo la reacción, la reacción se lleva a cabo generalmente en condiciones de presión normal a condiciones de presión reducida, y en consideración a la productividad, la presión está más preferentemente en el intervalo de 100 Pa a 80 kPa y, más preferentemente, en el intervalo de 100 Pa a 50 kPa. La reacción se puede llevar a cabo en un tiempo de reacción en el intervalo de 0,01 a 10 horas, y dado que hay casos en los que los compuestos de estaño contenidos en el líquido de reacción se desnaturalizan y casos en los que la cantidad de éster de ácido carbónico disminuye debido a una reacción inversa cuando la reacción se lleva a cabo durante un largo periodo de tiempo a altas temperaturas, el tiempo de reacción está preferentemente en el intervalo de 0,01 a 0,5 horas, y más preferentemente en el intervalo de 0,01 a 0,3 horas. Se puede utilizar un destilador conocido para el destilador, se puede utilizar preferentemente un destilador de tipo columna o un destilador de tipo tanque, o se pueden utilizar una pluralidad de tipos en combinación. Destiladores más preferentes pueden incluir un evaporador de película delgada y un destilador de película delgada, y es más preferente un evaporador de película delgada provisto de una columna de destilación o un destilador de película delgada. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y se pueden utilizar preferentemente. Aparatos de proceso conocidos tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un generador de vapor ("reboiler"), una bomba o un condensador y similares, se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tal como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento.

Además, en la presente realización, una etapa (C), que se describe a continuación, se puede añadir a las etapas (A) y (B) mencionadas anteriormente, y un compuesto de alquil estaño preparado en la etapa (C) se puede utilizar como un compuesto de alquil estaño de la etapa (Z).

etapa (C): preparar, como mínimo, un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende i) y ii) siguientes, haciendo reaccionar el líquido de reacción residual de la etapa (B) con un ácido representado por la fórmula general HOX (ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) y/o un anhídrido de ácido representado por la fórmula general XOX (en la que OX representa un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8);

i) un compuesto de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces Sn-R¹ (en el que R¹ representa un grupo alquilo), y dos enlaces Sn-OX (en los que OX es un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8); y

ii) un compuesto de tetraalquil diestanoxano que tiene un enlace Sn-O-Sn, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces Sn-R¹ y un enlace Sn-OX (en el que OX es un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8).

Esta etapa (C) se asemeja a la etapa (1) explicada anteriormente y se lleva a cabo mediante un procedimiento similar al que se describe a continuación.

En la etapa (C), se utiliza preferentemente un ácido orgánico para el ácido representado por la fórmula general HOX. Aunque ejemplos de estos ácidos orgánicos pueden incluir ácido carboxílico, ácido sulfónico y fenol, se utiliza preferentemente ácido carboxílico. Ejemplos de ácidos carboxílicos pueden incluir compuestos de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados o insaturados tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico, ácido hexanoico, ácido isocaproico, ácido 2-etilbutanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido heptanoico (incluyendo isómeros), ácido octanoico (incluyendo isómeros), ácido nonaico (incluyendo isómeros), ácido decanoico (incluyendo isómeros), ácido undecanoico (incluyendo isómeros), ácido dodecanoico (incluyendo isómeros), ácido tetradecanoico (incluyendo isómeros), ácido hexadecanoico (incluyendo isómeros), ácido acrílico, ácido crótico, ácido isocrótico, ácido vinilacético, ácido metacrílico, ácido angélico, ácido tíglico, ácido alilacético o ácido undecenoico (incluyendo isómeros); ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados o insaturados tales como ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido heptanodioico (incluyendo isómeros), ácido octanodioico (incluyendo isómeros), ácido nonanedioico (incluyendo isómeros), ácido decanodioico (incluyendo isómeros), ácido maleico, ácido fumárico, ácido metilmaleico, ácido metilfumárico, ácido pentenodioico (incluyendo isómeros), ácido itacónico o ácido alilmalónico; compuestos de ácidos tricarboxílicos saturados o insaturados tales como ácido 1,2,3-

propanotricarboxílico, 1,2,3-ácido propenotricarboxílico o ácido 2,3-dimetilbutano-1,2,3-tricarboxílico; compuestos de ácidos carboxílicos aromáticos tales como ácido benzoico, ácido metilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido etilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido propilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido dimetilbenzoico (incluyendo isómeros) o ácido trimetilbenzoico (incluyendo isómeros); compuestos de ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico o ácido metilisoftálico (incluyendo isómeros); y, compuestos de ácidos tricarboxílicos aromáticos tales como ácido hemimelítico, ácido trimelítico o ácido trimésico. Entre estos ácidos carboxílicos, se utilizan preferentemente ácidos monocarboxílicos saturados, utilizan más preferentemente ácidos monocarboxílicos saturados que tienen un punto de ebullición normal de 300°C o inferior, y se utilizan incluso más preferentemente ácidos monocarboxílicos saturados que tienen un punto de ebullición normal de 250°C o inferior. El punto de ebullición normal se refiere al punto de ebullición a 1 atmósfera, tal como se describe en la Enciclopedia Química (publicada el 1 de octubre de 2003 por Kyoritsu Publishing Co., Ltd.). Más específicamente, se utiliza preferentemente ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido pivalico o ácido hexanoico.

Además, en la etapa (C), ejemplos de anhídridos de ácido representados por la fórmula general XOX pueden incluir anhídridos alifáticos tales como anhídrido acético, anhídrido propiónico, anhídrido butírico, anhídrido isobutírico, anhídrido valérico, anhídrido isovalérico, anhídrido succínico, anhídrido maleico, anhídrido propiónico o anhídrido glutárico, y, anhídridos aromáticos tales como anhídrido benzoico, anhídrido ftálico o anhídrido piromelítico. Entre estos, se utilizan preferentemente anhídridos de ácidos que tienen un punto de ebullición normal de 300°C o inferior, y con el fin de facilitar la eliminación del exceso de anhídrido después de la reacción, se utilizan más preferentemente anhídridos de ácidos que tienen un punto de ebullición normal de 200°C o inferior. Además, anhídrido maleico y anhídrido acético son preferentes desde el punto de vista de facilitar la eliminación de los subproductos, tales como ésteres de ácidos carboxílicos y la facilidad de adquisición industrial.

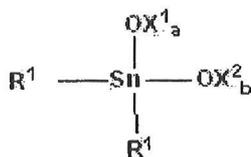
Aunque estos ácidos y anhídridos de ácido se pueden utilizar solos o mediante mezclado de una pluralidad de tipos, en el caso de utilizar un ácido, hay muchos casos en los que se forma agua en el caso de hacer reaccionar el ácido con el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano. Se puede llevar a cabo una separación por destilación o separación por membrana o se puede utilizar un agente de deshidratación para eliminar el agua. Además, es preferente la utilización combinada de un anhídrido de ácido como agente de deshidratación. Además, en el caso de utilizar un anhídrido de ácido sólo, dado que hay muchos casos en los que no se forma agua en la reacción entre el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y el anhídrido de ácido, es preferente un método que utiliza un único anhídrido de ácido.

La cantidad de ácido y/o anhídrido de ácido utilizada está preferentemente en el intervalo de 0,1 a 50 veces en términos de la relación estequiométrica en base a los átomos de estaño contenidos en el líquido residual obtenido en la etapa (B), en consideración de la velocidad de reacción en la etapa (C) y el rendimiento final del compuesto de dialquil estaño, y más preferentemente se encuentra en el intervalo de 0,5 a 20 veces en consideración del tamaño del reactor y la velocidad de reacción. En el caso en el que la cantidad utilizada es menor que 0,1 en términos de la relación estequiométrica, hay casos en los que es difícil que la reacción continúe, mientras que por el contrario, incluso si se utiliza en una cantidad mayor de 50 veces en términos de la relación estequiométrica, hay muchos casos en los que esto no tiene un efecto sobre la velocidad de reacción o el rendimiento final del compuesto de dialquil estaño en esta etapa.

La reacción de la etapa (C) se lleva a cabo preferentemente a una temperatura de reacción de -20 a 300°C y más preferentemente a una temperatura de reacción de -10 a 250°C, y aunque es preferente una temperatura de reacción elevada para aumentar la velocidad de reacción, dado que también hay casos en los que ocurren reacciones indeseables tales como la descomposición a temperaturas elevadas, disminuyendo así el rendimiento, la reacción se lleva a cabo incluso más preferentemente a una temperatura de reacción de 0 a 230°C. Además, la reacción de la etapa (C) se lleva a cabo preferentemente en una atmósfera de gas inerte tal como argón, neón o nitrógeno.

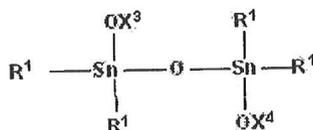
Aunque no se requiere la utilización de un disolvente en la etapa (C), se puede utilizar un disolvente con el fin de mejorar la fluidez, facilitando el procedimiento de reacción o eliminar eficazmente el agua del sistema, en el caso que se forme agua en la reacción. Ejemplos de dichos disolventes pueden incluir hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 5 a 16 átomos de carbono, éteres compuestos de hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono, e hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 1 a 16 átomos de carbono. Más específicamente, ejemplos de disolventes que pueden ser utilizados pueden incluir hidrocarburos lineales o cíclicos seleccionados del grupo que comprende pentano (incluyendo isómeros), hexano (incluyendo isómeros), heptano (incluyendo isómeros), octano (incluyendo isómeros), nonano (incluyendo isómeros), decano (incluyendo isómeros), hexadecano (incluyendo isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (incluyendo isómeros) y etilbenceno; éteres seleccionados del grupo que comprende éter dietílico, éter dipropílico (incluyendo isómeros), éter dibutílico (incluyendo isómeros), dihexil éter (incluyendo isómeros), dioctil éter (incluyendo isómeros) y difenil éter; e hidrocarburos halogenados seleccionados del grupo que comprende cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano y diclorobenceno (incluyendo isómeros). Estos disolventes se pueden utilizar solos o se utilizan mezclando dos o más tipos.

El compuesto de alquil estaño preparado en esta etapa (C), como mínimo, es un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende compuestos de dialquil estaño representados por la siguiente fórmula (48) y compuestos de tetraalquil diestano representados por la siguiente fórmula (49) :



(48)

(en la que,
cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,
O representa un átomo de oxígeno,
 OX^1 y OX^2 son OX^1 y OX^2 en los que los ácidos conjugados de OX^1 y OX^2 en forma de HOX^1 y HOX^2 son ácidos de Bronsted que tienen un pKa de 0 a 6,8, y
a y b son números enteros de 0 a 2, respectivamente, y $a + b = 2$).



(49)

(en la que,
cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,
O representa un átomo de oxígeno, y
 OX^3 y OX^4 son OX^3 y OX^4 en los que los ácidos conjugados de OX^3 y OX^4 en forma de HOX^3 y HOX^4 son ácidos de Bronsted que tienen un pKa de 0 a 6,8).

Ejemplos de R^1 en la fórmula (48) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos, en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 12, tal como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros); nonilo (incluyendo isómeros), decilo (incluyendo isómeros) o dodecilo (incluyendo isómeros). Ejemplos preferentes pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 8. Aunque se puede utilizar un compuesto de dialquil estaño en el los grupos son grupos alquilo en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos está fuera del intervalo indicado, la fluidez puede ser mala y la productividad puede verse afectada. Los grupos alquilo son más preferentemente grupos n-butilo o grupos n-octilo en consideración de la facilidad de adquisición durante la producción industrial.

Aunque no hay limitaciones en particular para OX^1 y OX^2 en la fórmula (48), con la condición de que sus ácidos conjugados en forma de HOX^1 y HOX^2 son ácidos de Bronsted y el pKa de los ácidos conjugados es de 0 a 6,8, estos son preferentemente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado del grupo que comprende grupos aciloxilo y grupos ariloxi, y el pKa de los ácidos conjugados de los mismos es de 0 a 6,8. Más preferentemente, OX^1 y OX^2 son grupos en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado entre números enteros de 0 a 12. Ejemplos específicos de dichos grupos pueden incluir grupos aciloxilo compuestos de un grupo alquilo saturado lineal o ramificado, un grupo carbonilo y un átomo de oxígeno, tales como un grupo acetoxi, grupo propionilo, grupo butirilo, grupo valerilo o grupo lauroilo, y grupos ariloxi tales como un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo propilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo butilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metiletilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilpentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo eilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetiletilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metiletilpropilfenoxi, un grupo metildimetilfenoxi o un grupo trietilfenoxi (incluyendo isómeros).

Ejemplos específicos de compuestos de dialquil estaño representados por la fórmula (48) pueden incluir compuestos de dialquil-diaciloxi estaño tales como dimetil-diacetoxi estaño, dimetil-dipropioniloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dibutiriloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-valeriloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dilauroiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-acetoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dipropioniloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dibutiriloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-divaleriloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dilauroiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-diacetoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dipropioniloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butiriloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-divaleriloxi estaño (incluyendo isómeros) o dioctil-dilauroiloxi estaño (incluyendo isómeros); y, compuestos de alquil-diariloxi estaño tales como dimetil-difenoxi estaño, dimetil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(propilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(butilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(pentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(hexilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metilpentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(dipropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(trimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dimetiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dietilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dimetilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metiletilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etildimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-difenoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(propilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(butilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(pentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(hexilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilpentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(dipropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(trimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metiletilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etildimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-difenoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(propilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(butilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(pentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(hexilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilpentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(dipropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(trimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metiletilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etildimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros) o dioctil di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros).

Ejemplos de R^1 en la fórmula (49) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos de hidrocarburos alifáticos en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 12, tal como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros), nonilo (incluyendo isómeros), decilo (incluyendo isómeros) o dodecil (incluyendo isómeros). Ejemplos preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 8. Aunque se puede utilizar un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano en el que los grupos son grupos alquilo en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos está fuera del intervalo indicado, la fluidez puede ser mala y la productividad puede verse afectada. Los grupos alquilo son más preferentemente grupos n-butilo o grupos n-octilo en consideración de la facilidad de adquisición durante la producción industrial.

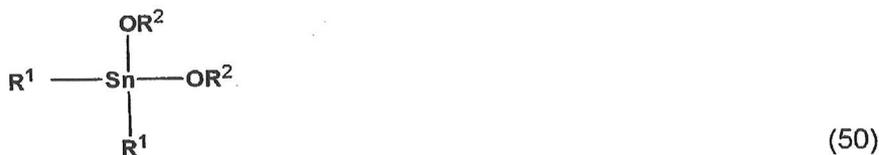
Aunque no existen limitaciones en particular sobre OX^3 y OX^4 en la fórmula (49), con la condición de que sus ácidos conjugados en forma de HOX^3 y HOX^4 son ácidos de Bronsted y el pKa de los ácidos conjugados es de 0 a 6,8, estos son preferentemente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado del grupo que comprende grupos aciloxilo y grupos ariloxi, y el pKa de los ácidos conjugados de los mismos es de 0 a 6,8. Más preferentemente, OX^1 y OX^2 son grupos en los que el número de átomos de carbono que consituye los grupos es un número seleccionado entre números enteros de 0 a 12. Ejemplos específicos de dichos grupos pueden incluir grupos aciloxilo compuestos de un grupo alquilo saturado lineal o ramificado, un grupo carbonilo y un átomo de oxígeno, tales como un grupo acetoxi, un grupo propioniloxi, un grupo butiriloxi, un grupo valeriloxi o un grupo lauroiloxi; y grupos ariloxi, tales como un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo propilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo butilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un

En general, los compuestos orgánicos de estaño adoptan fácilmente una estructura asociada, y aunque, por ejemplo, se sabe que los dialcóxidos de dialquil estaño forman una estructura de dímero, y se sabe que los tetraalquil dialcoxi diestanoxanos existen formado una estructura de escalera en la que dos o tres moléculas están asociadas, incluso en los casos en los que dichos estados asociados cambian, la representación de un compuesto en forma de una estructura monomérica es común para los expertos en la materia.

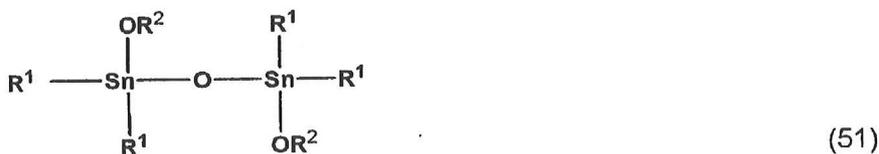
La figura 3 muestra un diagrama de flujo para explicar un nuevo procedimiento para preparar éster de ácido carbónico mediante la combinación de las etapas (A) a (C) y la etapa (Z), tal como se explicó anteriormente.

Además, como una alternativa al nuevo procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico indicado en la figura 3, se facilita una explicación de un procedimiento en el que se prepara un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano mediante un proceso que comprende las etapas (I) a (III) siguientes, y la etapa (Z) se lleva a cabo mediante la utilización del compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano.

etapa (I): hacer reaccionar un dialcóxido de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula general (50) con dióxido de carbono, a fin de obtener un líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico y un tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la siguiente fórmula general (51) y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono;



(en la que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y R^2 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 2 a 8 átomos de carbono);



en la que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y R^2 representa respectiva e independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 2 a 8 átomos de carbono);

etapa (II): separar el éster de ácido carbónico del líquido de reacción mediante destilación a fin de obtener un líquido residual que contiene tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono; y

etapa (III): hacer reaccionar el líquido residual de la etapa (II) con un ácido representado por la fórmula general HOX (ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) y/o anhídrido de ácido representado por la fórmula general de XOX (en la que OX representa un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), a fin de producir un compuesto que tiene un grupo (grupo OX), que se deriva del ácido y/o anhídrido de ácido, y que es un compuesto de dialcoxi estaño representado por la siguiente fórmula general (52) y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano representado por la siguiente fórmula general (53):

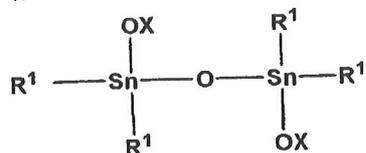


(en la que

cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno, y

OX representa un grupo OX en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8);



(11)

(en la que

cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno, y

OX representa un grupo OX en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8);

En primer lugar, se facilita una explicación de los compuestos indicados anteriormente.

Ejemplos de R¹ en la fórmula (50) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos, en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 12, tal como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros); nonilo (incluyendo isómeros), decilo (incluyendo isómeros) o dodecilo (incluyendo isómeros). Ejemplos preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 8. Aunque se puede utilizar un compuesto de dialquil estaño en el los grupos son grupos alquilo en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos está fuera del intervalo indicado, la fluidez puede ser mala y la productividad puede verse afectada. Los grupos alquilo son más preferentemente grupos n-butilo o grupos n-octil en consideración de la facilidad de adquisición durante la producción industrial.

Ejemplos de R² en la fórmula (50) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 12, tales como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros), nonilo (incluyendo isómeros), decilo (incluyendo isómeros) o dodecilo (incluyendo isómeros). Ejemplos preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 2 a 8. Por lo tanto, ejemplos preferentes del grupo OR² en la fórmula (50) anterior, pueden incluir grupos alcoxi tales como un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propiloxi (incluyendo isómeros), un grupo butiloxi (incluyendo isómeros), un grupo pentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo hexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo heptiloxi (incluyendo isómeros), un grupo octiloxi (incluyendo isómeros), un grupo noniloxi (incluyendo isómeros), un grupo deciloxi (incluyendo isómeros) o un grupo dodeciloxi (incluyendo isómeros), mientras que ejemplos más preferentes de los mismos pueden incluir un grupo etoxi, un grupo propiloxi (incluyendo isómeros), un grupo butiloxi (incluyendo isómeros), un grupo pentiloxi (incluyendo isómeros), un grupo hexiloxi (incluyendo isómeros), un grupo heptiloxi (incluyendo isómeros) o un grupo octiloxi (incluyendo isómeros).

Ejemplos específicos de los compuestos representados por la fórmula (50) pueden incluir dimetil-dimetoxi estaño, dimetil-dietoxi estaño, dimetil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dimetoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dietoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dimetoxi estaño, dioctil-dietoxi estaño, dioctil-dipropoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dibutoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dipentiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dihexiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-diheptiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dioctiloxi estaño (incluyendo isómeros).

Ejemplos de R¹ en la fórmula (51) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos de hidrocarburos alifáticos, en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 12, tal como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros); nonilo (incluyendo isómeros), decilo (incluyendo isómeros) o dodecilo (incluyendo isómeros). Ejemplos preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 8. Aunque se puede utilizar un

isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-difenoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(propilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(butilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(pentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(hexilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilpentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(dipropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(trimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metiletilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etildimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros) o 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros).

En general, los compuestos orgánicos de estaño adoptan fácilmente una estructura asociada, y aunque, por ejemplo, se sabe que los dialcóxidos de dialquil estaño forman una estructura de dímero, y se sabe que los tetraalquil dialcoxi diestanoxanos existen formado estructuras de escalera en la que dos o tres moléculas están asociadas. Incluso en los casos en los que dichos estados asociados cambian, la representación de un compuesto en la forma de su estructura monomérica es común para los expertos en la materia.

Se facilitarán a continuación explicaciones del compuesto de dialquil estaño representado por la fórmula (52) mencionada anteriormente y el compuesto de tetraalquil diestanoxano representado por la fórmula (53) mencionada anteriormente.

A continuación, se facilita una explicación de cada etapa.

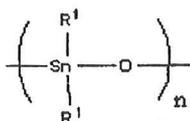
Etapa (I) es una etapa para hacer reaccionar un alcóxido de dialquil estaño representado por la fórmula (50) mencionada anteriormente con dióxido de carbono para obtener un líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico y un tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la fórmula (51) mencionada anteriormente y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono.

Esta etapa (I) es similar a la etapa (a) mencionada anteriormente y se puede llevar a cabo por el mismo procedimiento.

El dialcóxido de dialquil estaño utilizado en la etapa (I) se puede preparar según el procedimiento explicado anteriormente, y es preferente un dialcóxido de dialquil estaño preparado mediante una reacción entre óxido de dialquil estaño y alcohol para el dialcóxido de dialquil estaño utilizado en esta etapa. A continuación, se facilita una descripción de dicho procedimiento de preparación.

Ejemplos de alcoholes utilizados preferentemente en esta etapa pueden incluir alcoholes en los que el número de átomos de carbono que constituyen el alcohol se selecciona de un número entero de 1 a 12, tales como metanol, etanol, propanol (incluyendo isómeros), butanol (incluyendo isómeros), pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros), heptanol (incluyendo isómeros), octanol (incluyendo isómeros), nonanol (incluyendo isómeros) o decanol (incluyendo isómeros). Ejemplos más preferentes de los mismos pueden incluir alcoholes en los que el número de átomos de carbono que constituyen el alcohol se selecciona de un número entero de 2-8, tales como etanol, propanol (incluyendo isómeros), butanol (incluyendo isómeros), pentanol (incluyendo isómeros), hexanol (incluyendo isómeros), heptanol (incluyendo isómeros) u octanol (incluyendo isómeros).

Un óxido de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula (54) se utiliza para el óxido de dialquil estaño utilizado en la preparación de dialcóxido de dialquil estaño:



(54)

(en la que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono).

Ejemplos de R^1 en la fórmula (54) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos que tienen 1 a 12 átomos de carbono, tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (incluyendo isómeros), un grupo butilo (incluyendo isómeros), un grupo pentilo (incluyendo isómeros), un grupo hexilo (incluyendo isómeros), un grupo heptilo (incluyendo isómeros), un grupo octilo (incluyendo isómeros), un grupo nonilo

(incluyendo isómeros), un grupo decilo (incluyendo isómeros), un grupo undecilo (incluyendo isómeros) o un grupo dodecilo (incluyendo isómeros). Ejemplos más preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilos saturados lineales o ramificados que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, mientras que ejemplos aún más preferentes de los mismos pueden incluir un grupo n-butilo o un grupo n-octilo.

5 El alcohol y el óxido de dialquil estaño se someten a una reacción de deshidratación para obtener un tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o dialcóxido de dialquil estaño, a la vez que se elimina del sistema el agua formada. La temperatura a la que se lleva a cabo la reacción, por ejemplo, se encuentra en el intervalo de 80 a 180°C, la temperatura es preferentemente de 100 a 180°C, aunque varía según la presión de reacción, para eliminar el agua formada del sistema mediante destilación, y aunque es preferente una temperatura elevada a fin de aumentar la velocidad de reacción, dado que pueden también ocurrir reacciones indeseables tales como la descomposición a altas temperaturas, que provoca una disminución del rendimiento, la temperatura de reacción está más preferentemente en el intervalo de 100 a 160°C. La presión de reacción es una presión a la que el agua formada puede ser eliminada del sistema, y aunque varía según la temperatura de reacción, es generalmente de $20 \text{ a } 1 \times 10^6$ Pa. No existen limitaciones en particular para el tiempo de reacción de la reacción de deshidratación, y el tiempo de reacción generalmente es de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas y aún más preferentemente de 0,1 a 2 horas. La reacción puede ser terminada una vez que se obtiene una composición que contiene la cantidad deseada de dialcóxido de dialquil estaño. La progresión de la reacción se puede determinar mediante la medición de la cantidad de agua extraída del sistema, y puede ser determinada mediante un método que utiliza ^{119}Sn -RMN mediante el muestreo del líquido de reacción.

Aunque la composición que contiene dialcóxido de dialquil estaño contiene principalmente dialcóxido de dialquil estaño y tetraalquil dialcoxi diestanoxano, la reacción se termina después de confirmar que se ha obtenido una composición en la que la relación molar del tetraalquil dialcoxi diestanoxano con respecto al dialcóxido de dialquil estaño contenido en la composición, tal como se representa por el % molar de ambos, se encuentra preferentemente en el intervalo de 0:100 a 80:20, y más preferentemente en el intervalo de 10:90 a 70:30. El alcohol utilizado puede dejarse que permanezca presente o puede ser eliminado mediante destilación dependiendo del caso. Es preferente eliminar la mayor cantidad de alcohol como sea posible, dado que esto ofrece la ventaja de ser capaz de reducir el tamaño de los reactores de las otras etapas. Es preferente la eliminación mediante un método de destilación conocido como método de eliminación, y se puede utilizar un equipo de destilación conocido para el destilador utilizado para destilar alcohol. Un aparato de destilación de película delgada se puede utilizar preferentemente para el aparato de destilación, ya que permite que el alcohol se pueda eliminar en un corto período de tiempo. No existen limitaciones en particular para el tipo de reactor de la reacción de deshidratación, y se puede utilizar un reactor de tipo tanque o de tipo columna conocidos. Una mezcla de reacción con bajo punto de ebullición que contiene agua se extrae del reactor por destilación en forma de gas, mientras que una mezcla de reacción con elevado punto de ebullición que contiene un dialcóxido de dialquil estaño producido se extrae de la parte inferior del reactor en forma de líquido. Se utilizan varios métodos conocidos para dicho reactor, tales como métodos que utilizan reactores que comprenden cualquiera entre un tanque de agitación, un tanque de agitación multietapa, una columna de destilación, una columna de destilación multietapas, un reactor multitubular, una columna de destilación multietapas continua, una columna de relleno, un evaporador de película fina, un reactor provisto de un soporte en el interior, un reactor de circulación forzada, un evaporador de película descendente, un evaporador de gota descendiente, un reactor de flujo estrecho o una columna de burbujas, así como una combinación de los mismos. Los métodos que utilizan un reactor de tipo columna son preferentes desde el punto de vista de la eficiencia del desplazamiento del equilibrio hacia el lado de los productos, mientras que una estructura que tiene un área grande de contacto gas-líquido es preferente por ser capaz de transferir rápidamente el agua formada a la fase gaseosa. Aunque también se puede utilizar un método continuo que utiliza un reactor multitubular, una columna de destilación multietapas o una columna de relleno con un material de relleno, dado que el óxido de dialquil estaño utilizado en esta etapa generalmente es un sólido, lo más preferente es emplear un método en el que esta etapa se lleva a cabo en primer lugar en un reactor de tipo tanque seguido del aumento del contenido de dialcóxido de dialquil estaño en un reactor de tipo columna. Aunque pueden ser utilizados materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y se pueden utilizar preferentemente. Aparatos de proceso conocidos tales como un medidor de flujo, un termómetro y otros instrumentos de medición o un generador de vapor ("reboiler"), una bomba o un condensador y similares se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tal como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento.

En la etapa (I), el dióxido de carbono gaseoso es absorbido por el dialcóxido de dialquil estaño para provocar una reacción química para obtener una mezcla que contiene un dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono.

60 Durante esta reacción química, el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño se hace reaccionar en forma líquida o se lleva a un estado líquido con un disolvente y similares. Un método en el que el compuesto se lleva a forma líquida mediante calentamiento es preferentemente utilizado para llevar el compuesto a forma líquida, y el compuesto también se puede llevar a forma líquida con un disolvente y similares. Aunque varía según la temperatura de reacción, la presión de reacción a la que se lleva a cabo la reacción está preferentemente en el intervalo de una presión normal a 1 MPa y, más preferentemente, en el intervalo de una presión normal a 0,6 MPa. Aunque varía

según la presión de reacción, la temperatura de reacción se encuentra preferentemente en el intervalo de -40 a 80°C, y en consideración de la fluidez durante la transferencia, más preferentemente de 0 a 80°C y lo más preferente en el intervalo de una temperatura normal (por ejemplo, 20°C) a 80°C. La reacción se lleva a cabo en el intervalo de varios segundos a 100 horas, y en consideración de la productividad y similares, se lleva a cabo preferentemente durante varios minutos a 10 horas. Se puede utilizar un reactor de tipo tanque o un reactor de tipo columna para el reactor. Además, se pueden utilizar una pluralidad de reactores en combinación. Puesto que la reacción es una reacción de una composición que contiene dióxido de carbono (gas) y un dialcóxido de dialquil estaño (líquido), con el fin de llevar a cabo la reacción de manera eficiente, es preferente aumentar el área de superficie de contacto entre el gas y el líquido aumentando la interfase gas-líquido. Se puede utilizar un método conocido para la reacción, a la vez que se aumenta la interfase gas-líquido de esta manera, ejemplos preferentes de los cuales pueden incluir el aumento de la velocidad de agitación o la generación de burbujas en el líquido en el caso de un reactor de tipo tanque, y utilizar una columna de relleno o utilizar una columna de destilación de tipo bandeja en el caso de un reactor de tipo columna. Ejemplos de dichos reactores de tipo columna pueden incluir tipos de columnas de destilación de tipo bandejas tales como una columna de bandeja de burbujas, una bandeja de placa porosa, una bandeja de válvula o una bandeja a contracorriente, y tipos de columnas rellenas del tipo relleno con diversos tipos de materiales de relleno tales como un anillo Raschig, un anillo Lessing, un anillo "pole", una "silla de montar" Berl, una "silla de montar" Interlock, un relleno Dixon, un relleno McMahon, Helipack, Sulzer o Mellapak. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y pueden ser utilizados preferentemente. Equipos de proceso conocidos incluyendo instrumentos tales como medidores de flujo y termómetros, generadores de vapor ("reboilers"), bombas y condensadores se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como calentamiento con vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tal como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento. Puesto que la reacción es generalmente una reacción exotérmica, el reactor se puede enfriar directamente o puede ser enfriado por disipación del calor del reactor. Alternativamente, el reactor también se puede calentar si la reacción se lleva a cabo con el fin de llevar a cabo de forma simultánea la esterificación de ácido carbónico. Se puede utilizar un método conocido para enfriar y calentar el reactor, tales como un método que utiliza una camisa o un método que utiliza serpentines internos. La composición que contiene dióxido de carbono gaseoso y dialcóxido de dialquil estaño suministrada al reactor también se pueden suministrar añadiendo cada reactivo por separado o pueden ser mezclados antes de suministrarlos al reactor. Los reactivos también pueden ser suministrados a través de múltiples ubicaciones en el reactor. Siguiendo el completamiento de la reacción, se pueden determinar los productos de reacción mediante análisis de ¹¹⁹Sn-RMN y similares.

A continuación, se obtuvo un líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico según el procedimiento descrito a continuación, a partir del conjugado de compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono obtenido anteriormente.

Las condiciones de la reacción son tales que la reacción se lleva a cabo en el intervalo de 110 a 200°C, y aunque una temperatura alta es preferente para aumentar la velocidad de la reacción, puesto que pueden ocurrir reacciones indeseables tales como la descomposición a altas temperaturas, disminuyendo así el rendimiento, la temperatura de reacción más preferentemente se encuentra en el intervalo de 120 a 180°C, el tiempo de reacción se encuentra en el intervalo de 0,1 a 10 horas, y la presión de reacción se encuentra en el intervalo de 1,5 a 20 MPa, y preferentemente en el intervalo de 2,0 a 10 MPa. La reacción se completa después de formar el éster de ácido carbónico deseado en el reactor. La progresión de la reacción se puede confirmar, por ejemplo, mediante la toma de muestras del líquido de reacción en el reactor, y analizando el éster de ácido carbónico formado mediante un método tal como ¹H-RMN o cromatografía de gases. Por ejemplo, la reacción se puede completar una vez que se ha formado un 10% o más del compuesto dialcóxido de dialquil estaño y/o conjugados del compuesto dialcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono en base a la relación molar de los mismos, y en el caso de que desee aumentar el rendimiento del éster de ácido carbónico, la reacción se puede completar después de continuar hasta que el valor sea de un 90% o más. Se puede utilizar un reactor conocido para el reactor, y se puede utilizar preferentemente un reactor de tipo de columna o un reactor de tipo tanque. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y se pueden utilizar preferentemente. Equipos de proceso conocidos que incluyen instrumentos tales como medidores de flujo y termómetros, generadores de vapor ("reboilers"), bombas o condensadores se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como calentamiento con vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tales como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento.

A continuación, se facilita una explicación de la etapa (II). Esta etapa (II) es similar a la etapa (b) descrita anteriormente y se puede llevar a cabo mediante el mismo procedimiento.

La etapa (II) es una etapa para la separación de éster de ácido carbónico del líquido de reacción que contiene el éster de ácido carbónico obtenido en la etapa (I), para obtener un líquido residual que contiene tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono. Se puede utilizar preferentemente un método y aparato conocidos para el procedimiento de separación. Un procedimiento de separación preferente es la separación por destilación.

Se obtienen éster de ácido carbónico y líquido residual por destilación por lotes, semicontinua o continua del líquido de reacción transferido desde la etapa (a). Un método de destilación preferente comprende suministrar el líquido de reacción a un destilador, separar el éster de ácido carbónico del sistema por la parte superior del destilador en forma de un componente en fase gaseosa, y extraer el líquido residual de la parte inferior del destilador en forma de un componente líquido. Aunque varía según el punto de ebullición del éster de ácido carbónico y de la presión, la temperatura en esta etapa se encuentra en el intervalo de una temperatura normal (por ejemplo, 20°C) a 200°C, y dado que hay casos en los que puede ocurrir la desnaturalización de los compuestos de estaño en el líquido residual a altas temperaturas, así como casos en los que el éster de ácido carbónico puede disminuir debido a una reacción inversa, la temperatura está preferentemente en el intervalo de una temperatura normal (por ejemplo, 20°C) a 150°C. Aunque varía según el tipo de éster de ácido carbónico y la temperatura a la que se lleva a cabo esta etapa, la presión está generalmente de presión normal a una presión reducida, y en consideración de la productividad, la presión se encuentra más preferentemente en el intervalo de 100 Pa a 80 kPa y, más preferentemente, en el intervalo de 100 Pa a 50 kPa. Esta etapa se puede llevar a cabo en un intervalo de 0,01 a 10 horas, y dado que hay casos en los que los compuestos de estaño contenidos en el líquido de reacción se pueden desnaturalizar y puede disminuir el éster de ácido carbónico, debido a una reacción inversa si esta etapa se lleva a cabo a altas temperaturas durante un largo periodo de tiempo, el tiempo de reacción se encuentra preferentemente en el intervalo de 0,01 a 0,5 horas, y más preferentemente en el intervalo de 0,01 a 0,3 horas. Se puede utilizar un destilador conocido para el destilador, se puede utilizar preferentemente un destilador de tipo columna o un destilador de tipo tanque, o se pueden utilizar una pluralidad de tipos en combinación. Más preferentemente, el destilador es un evaporador de película delgada o un destilador de película delgada, mientras que es más preferente un evaporador de película delgada equipado con una columna de destilación o un destilador de película delgada. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del reactor y conducciones, siempre que no tengan un efecto perjudicial, materiales tales como SUS304, SUS316 o SUS316L son económicos y se pueden utilizar preferentemente. Equipos de proceso conocidos incluyendo instrumentos tales como medidores de flujo y termómetros, generadores de vapor ("reboilers"), bombas y condensadores se pueden añadir según sea necesario, se puede utilizar un método conocido tales como vapor o un calentador para el calentamiento, y se puede utilizar un método conocido, tales como enfriamiento por aire, enfriamiento por agua o salmuera para el enfriamiento.

La siguiente etapa (III) es similar a la etapa (C) descrita anteriormente y se puede llevar a cabo mediante el mismo procedimiento.

En esta etapa (III), se utiliza preferentemente un ácido orgánico como el ácido representado por la fórmula general HOX. Aunque ejemplos de estos ácidos orgánicos pueden incluir ácido carboxílico, ácido sulfónico y fenol, se utiliza preferentemente ácido carboxílico. Ejemplos de ácidos carboxílicos pueden incluir compuestos de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados o insaturados tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butánico, ácido isobutánico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico, ácido hexanoico, ácido isocaproico, ácido 2-etilbutanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido heptanoico (incluyendo isómeros), ácido octanoico (incluyendo isómeros), ácido nonaico (incluyendo isómeros), ácido decanoico (incluyendo isómeros), ácido undecanoico (incluyendo isómeros), ácido dodecanoico (incluyendo isómeros), ácido tetradecanoico (incluyendo isómeros), ácido hexadecanoico (incluyendo isómeros), ácido acrílico, ácido crótico, ácido isocrótico, ácido vinilacético, ácido metacrílico, ácido angélico, ácido tíglico, ácido alilacético o ácido undecenoico (incluyendo isómeros); ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados o insaturados tales como ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido heptanodioico (incluyendo isómeros), ácido octanodioico (incluyendo isómeros), ácido nonanedioico (incluyendo isómeros), ácido decanodioico (incluyendo isómeros), ácido maleico, ácido fumárico, ácido metilmaleico, ácido metilfumárico, ácido pentenodioico (incluyendo isómeros), ácido itacónico o ácido alimalónico; compuestos de ácidos tricarboxílicos saturados o insaturados tales como ácido 1,2,3-propanotricarboxílico, ácido 1,2,3-propenotricarboxílico o ácido 2,3-dimetilbutano,1,2,3-tricarboxílico; compuestos de ácidos carboxílicos aromáticos tales como ácido benzoico, ácido metilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido etilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido propilbenzoico (incluyendo isómeros), ácido dimetilbenzoico (incluyendo isómeros) o ácido trimetilbenzoico (incluyendo isómeros); compuestos de ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico o ácido metilisoftálico (incluyendo isómeros); y, compuestos de ácidos tricarboxílicos aromáticos tales como ácido hemimelítico, ácido trimelítico o ácido trimésico. Entre estos ácidos carboxílicos, se utilizan preferentemente ácidos monocarboxílicos saturados, utilizan más preferentemente ácidos monocarboxílicos saturados que tienen un punto de ebullición normal de 300°C o inferior, y se utilizan incluso más preferentemente ácidos monocarboxílicos saturados que tienen un punto de ebullición normal de 250°C o inferior. El punto de ebullición normal se refiere al punto de ebullición a 1 atmósfera, tal como se describe en la Enciclopedia Química (publicada el 1 de octubre de 2003 por Kyoritsu Publishing Co., Ltd.). Más específicamente, se utiliza preferentemente ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butánico, ácido isobutánico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico o ácido hexanoico.

Además, en la etapa (III), ejemplos de anhídridos de ácido representados por la fórmula general XOX pueden incluir anhídridos alifáticos tales como anhídrido acético, anhídrido propiónico, anhídrido butírico, anhídrido isobutírico, anhídrido valérico, anhídrido isovalérico, anhídrido succínico, anhídrido maleico, anhídrido propiónico o anhídrido glutárico; y, anhídridos aromáticos tales como anhídrido benzoico, anhídrido ftálico o anhídrido piromelítico. Entre estos, se utilizan preferentemente anhídridos de ácidos que tienen un punto de ebullición normal de 300°C o inferior,

y con el fin de facilitar la eliminación del exceso de anhídrido después de la reacción, se utilizan más preferentemente anhídridos de ácidos que tienen un punto de ebullición normal de 200°C o inferior. Además, anhídrido maleico y anhídrido acético son preferentes desde el punto de vista de facilitar la eliminación de los subproductos, tales como ésteres de ácidos carboxílicos y la facilidad de adquisición industrial.

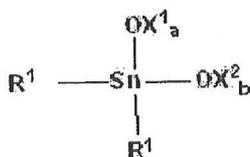
5 Aunque estos ácidos y anhídridos de ácido se pueden utilizar solos o mediante mezcla de una pluralidad de tipos, en el caso de utilizar un ácido, hay muchos casos en los que se forma agua en el caso de hacer reaccionar el ácido con el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano. Se puede llevar a cabo una separación por destilación o separación por membrana o se puede utilizar un agente de deshidratación para eliminar el agua. Además, es
10 preferente la utilización combinada de un anhídrido de ácido como agente de deshidratación. Además, en el caso de utilizar un anhídrido de ácido sólo, dado que hay muchos casos en los que no se forma agua en la reacción entre el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y el anhídrido de ácido, es preferente un método que utiliza un único anhídrido de ácido.

15 La cantidad de ácido y/o anhídrido de ácido utilizada está preferentemente en el de intervalo de 0,1 a 50 veces en término de la relación estequiométrica en base a los átomos de estaño contenidos en el líquido residual obtenido en la etapa (II), en consideración de la velocidad de reacción en la etapa (III) y el rendimiento final del compuesto de dialquil estaño, y más preferentemente se encuentra en el intervalo de 0,5 a 20 veces en consideración del tamaño del reactor y la velocidad de reacción. En el caso en el que la cantidad utilizada es menor que 0,1 en términos de la
20 relación estequiométrica, hay casos en los que es difícil que la reacción continúe, mientras que por el contrario, incluso si se utiliza en una cantidad mayor de 50 veces en términos de la relación estequiométrica, hay muchos casos en los que esto no tiene un efecto sobre la velocidad de reacción o el rendimiento final del compuesto de dialquil estaño en esta etapa.

25 La reacción de la etapa (III) se lleva a cabo preferentemente a una temperatura de reacción de -20 a 300°C y más preferentemente a una temperatura de reacción de -10 a 250°C, y aunque es preferente una temperatura de reacción elevada para aumentar la velocidad de reacción, dado que también hay casos en los que ocurren reacciones indeseables tales como la descomposición a temperaturas elevadas, disminuyendo así el rendimiento, la reacción se lleva cabo incluso más preferentemente a una temperatura de reacción de 0 a 230°C. Además, la
30 reacción de la etapa (III) se lleva a cabo preferentemente en una atmósfera de gas inerte tal como argón, neón o nitrógeno.

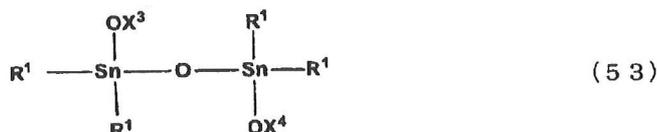
Aunque no se requiere la utilización de un disolvente en la etapa (III), se puede utilizar un disolvente con el fin de mejorar la fluidez, facilitando el procedimiento de reacción o eliminar eficazmente el agua del sistema, en el caso
35 que se forme agua en la reacción. Ejemplos de dichos disolventes pueden incluir hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 5 a 16 átomos de carbono, éteres compuestos de hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono, e hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 1 a 16 átomos de carbono. Más específicamente, ejemplos de disolventes que pueden ser utilizados pueden incluir hidrocarburos lineales o cíclicos seleccionados del grupo que comprende pentano (incluyendo isómeros), hexano (incluyendo isómeros), heptano (incluyendo isómeros), octano (incluyendo isómeros), nonano (incluyendo isómeros), decano (incluyendo isómeros), hexadecano (incluyendo isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (incluyendo isómeros) y etilbenceno; éteres seleccionados del grupo que comprende éter dietílico, éter dipropílico (incluyendo isómeros), éter dibutílico (incluyendo isómeros), dihexil éter (incluyendo isómeros), dioctil éter (incluyendo isómeros) y difenil éter; e hidrocarburos halogenados
40 seleccionados del grupo que comprende cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano y diclorobenceno (incluyendo isómeros). Estos disolventes se pueden utilizar solos o se utilizan mezclando dos o más tipos.

45 El compuesto de alquil estaño preparado en esta etapa (III) es, como mínimo, un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende compuestos de dialquil estaño representados por la siguiente fórmula (52) y compuestos de tetraalquil diestanoxano representados por la siguiente fórmula (53) :



(52)

55 (en la que, cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, O representa un átomo de oxígeno, OX¹ y OX² son OX¹ y OX² en los que los ácidos conjugados de OX¹ y OX² en forma de HOX¹ y HOX² son ácidos de Bronsted que tienen un pKa de 0 a 6,8, y
60 a y b son números enteros de 0 a 2, respectivamente, y a + b = 2).



(en la que,

5 cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno, y

OX^3 y OX^4 son OX^3 y OX^4 en los que los ácidos conjugados de OX^3 y OX^4 en forma de HOX^3 y HOX^4 son ácidos de Bronsted que tienen un pKa de 0 a 6,8).

10 Ejemplos de R^1 en la fórmula (52) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos, en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 12, tal como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros);
 15 pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado de un número entero de 1 a 8. Aunque se puede utilizar un compuesto de dialquil estaño en el los grupos son grupos alquilo en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos está fuera del intervalo indicado, la fluidez puede ser mala y la productividad puede verse afectada. Los grupos alquilo son más preferentemente grupos n-butilo o grupos n-octilo en consideración de la facilidad de adquisición durante la producción industrial.

Aunque no hay limitaciones en particular para OX^1 y OX^2 en la fórmula (52) con la condición de que sus ácidos conjugados en forma de HOX^1 y HOX^2 son ácidos de Bronsted y el pKa de los ácidos conjugados es de 0 a 6,8, estos son preferentemente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado del grupo que comprende grupos aciloxilo y grupos ariloxi, y el pKa de los ácidos conjugados de los mismos es de 0 a 6,8. Más preferentemente, OX^1 y OX^2 son grupos en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado entre números enteros de 0 a 12. Ejemplos específicos de dichos grupos pueden incluir grupos aciloxilo compuestos de un grupo alquilo saturado lineal o ramificado, un grupo carbonilo y un átomo de oxígeno,
 30 tales como un grupo acetoxi, grupo propioniloxi, grupo butiriloxi, grupo valeriloxi o grupo lauroiloxi, y grupos ariloxi tales como un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo propilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo butilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metiletilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilpentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetiletilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metiletilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metildimetilfenoxi (incluyendo isómeros) o un grupo trietilfenoxi (incluyendo isómeros).

Ejemplos específicos de compuestos de dialquil estaño representados por la fórmula (52) pueden incluir compuestos de dialquil-diaciloxi estaño tales como dimetil-diacetoxi estaño, dimetil-dipropioniloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dibutiriloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-valeriloxi estaño (incluyendo isómeros), dimetil-dilauroiloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-acetoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dipropioniloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dibutiriloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-divaleriloxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-dilauroiloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-diacetoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-dipropioniloxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-butililoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-valeriloxi estaño (incluyendo isómeros) o dioctil-dilauroiloxi estaño (incluyendo isómeros); y, compuestos de alquil-diariloxi estaño tales como dimetil-difenoxi estaño, dimetil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil di(propilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(butilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(pentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(hexilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metilpentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(dipropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(trimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dimetiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dietilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-bis(dimetilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(metiletilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(etildimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dimetil-di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-difenoxi estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(propilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(butilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros),

(incluyendo isómeros), dibutil-di(pentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(hexilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metilpentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(dipropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(trimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-bis(dimetilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(metiletilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(etildimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dibutil-di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-difenoxi estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(propilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(butilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(pentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(hexilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), diocti-bis(dimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metilpentilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(dipropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(trimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetiletilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-bis(dimetilbutilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(metiletilpropilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), dioctil-di(etildimetilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros) o dioctil di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros).

Ejemplos de R¹ en la fórmula (53) pueden incluir grupos alquilo en forma de grupos hidrocarburos alifáticos en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 12, tal como un grupo metilo, etilo, propilo (incluyendo isómeros), butilo (incluyendo isómeros), pentilo (incluyendo isómeros), hexilo (incluyendo isómeros), heptilo (incluyendo isómeros), octilo (incluyendo isómeros), nonilo (incluyendo isómeros), decilo (incluyendo isómeros) o dodecil (incluyendo isómeros). Ejemplos preferentes de los mismos pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 8. Aunque se puede utilizar un compuesto de tetraalquil diestanoxano en el que los grupos son grupos alquilo en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos está fuera del intervalo indicado, la fluidez puede ser mala y la productividad puede verse afectada. Los grupos alquilo son más preferentemente grupos n-butilo o grupos n-octilo en consideración de la facilidad de adquisición durante la producción industrial.

Aunque no existen limitaciones en particular para OX³ y OX⁴ en la fórmula (53), con la condición de que sus ácidos conjugados en forma de HOX³ y HOX⁴ son ácidos de Bronsted y el pKa de los ácidos conjugados es de 0 a 6,8, estos son preferentemente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado del grupo que comprende grupos aciloxilo y grupos ariloxi, y el pKa de los ácidos conjugados de los mismos es de 0 a 6,8. Más preferentemente, OX¹ y OX² son grupos en los que el número de átomos de carbono que constituyen los grupos es un número seleccionado entre números enteros de 0 a 12. Ejemplos específicos de dichos grupos pueden incluir grupos aciloxilo compuestos de un grupo alquilo saturado lineal o ramificado, un grupo carbonilo y un átomo de oxígeno, tales como un grupo acetoxi, un grupo propioniloxi, un grupo butiriloxi, un grupo valeriloxi o un grupo lauroiloxi; y grupos ariloxi, tales como un grupo fenoxi, un grupo metilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo propilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo butilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo pentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo hexilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metiletilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metilpentilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dietilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo etilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dipropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo trimetilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetiletilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilpropilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo dimetilbutilfenoxi (incluyendo isómeros), un grupo metiletilpropilfenoxi, un grupo metildimetilfenoxi o un grupo trietilfenoxi (incluyendo isómeros).

Ejemplos específicos de compuestos representados por la fórmula (53) pueden incluir 1,1,3,3 tetraalquil-1,3-diaciloxi diestanoxanos tales como 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diacetoxi diestanoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropioniloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutiriloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-divaleriloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dilauroiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-diacetoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dipropioniloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dibutiriloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-divaleriloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraabutil-1,3-dilauroiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diacetoxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipropioniloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutiriloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-divaleriloxi diestanoxano (incluyendo isómeros) o 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dilauroiloxi diestanoxano (incluyendo isómeros), y 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-diariloxi diestanoxanos tales como 1,1,3,3-tetrametil-1,3-difenoxi diestanoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(propilfenoxi)

diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(butilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(pentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(hexilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metilpentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(etilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(dipropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(trimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dimetiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dimetilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-bis(dimetilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(metiletilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(etildimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(propilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(butilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(pentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilpentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(dipropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(trimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metiletilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etildimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(trietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(propilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(butilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(pentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metilpentilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dietilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(dipropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(trimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetiletilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(dimetilbutilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(metiletilpropilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(etildimetilfenoxi) diestanoxano (incluyendo isómeros) o 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(trietilfenoxi) estaño (incluyendo isómeros).

En general, los compuestos orgánicos de estaño adoptan fácilmente una estructura asociada, y por ejemplo, se sabe que los dialcóxidos de dialquil estaño forman una estructura de dímero, y se sabe que los tetraalquil dialcoxi diestanoxanos existen formado una estructura de escalera en la que dos o tres moléculas están asociadas. Incluso en los casos en los que dichos estados asociados cambian, la representación de un compuesto en forma de una estructura monomérica es común para los expertos en la materia.

Aunque un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano se puede preparar utilizando el compuesto de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil diestanoxano obtenido llevando a cabo las etapas (I) a (III) mencionadas anteriormente, como el compuesto de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil diestanoxano de la etapa (Z), el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano se puede utilizar preferentemente como el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño de la etapa (I) mencionada anteriormente. La figura 4 muestra un diagrama de flujo para explicar un nuevo procedimiento para preparar éster de ácido carbónico combinando las etapas (I) a (III) y la etapa (Z), tal como se explicó anteriormente.

Dado que el procedimiento de preparación (z) de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto tetraalquil dialcoxi diestanoxano de la presente invención permite la preparación de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, sin que implique la manipulación de compuestos de estaño sólidos, haciendo reaccionar un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil

diestanoxano con un ácido y/o anhídrido de ácido, el procedimiento de preparación es más conveniente que los procesos convencionales.

Además, tal como se ha descrito anteriormente, la etapa (Z) se puede utilizar como parte de nuevos procedimientos para preparar ésteres de ácido carbónico mediante la combinación de varias etapas con la etapa (Z). Dado que estos nuevos procedimientos para la preparación de ésteres de ácido carbónico comprenden una etapa para la regeneración de compuestos de alcóxidos de monoalquil estaño y compuestos de alcóxidos de trialquil estaño, formados en el procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico y que han perdido la actividad catalítica durante el curso de dicha preparación de éster de ácido carbónico, en compuestos de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuestos de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, pueden ser resueltos los problemas asociados con los costes y los residuos encontrados en el procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico. Por lo tanto, el procedimiento de preparación, tal como se reivindica en la presente realización, es extremadamente importante desde el punto de vista industrial.

15 Ejemplos

Aunque lo que sigue proporciona una explicación más detallada de la presente invención utilizando Ejemplos y Ejemplos Comparativos de la misma, la presente invención no se limita solamente a estos ejemplos.

Además, los métodos analíticos utilizados en la presente invención son tal como se describen a continuación.

<Métodos analíticos>

1) Análisis de RMN

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

(1) Preparación de muestras para el análisis de ^1H -, ^{13}C - y ^{119}Sn -RMN

Se pesaron aproximadamente 0,3 g de solución de muestra, seguido por la adición de aproximadamente 0,7 g de cloroformo pesado (99,8%, Aldrich Corp.) y 0,05 g de estándar interno en forma de tetrametil estaño (reactivo garantizado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) y se mezclaron hasta uniformidad para obtener las soluciones utilizadas como muestras de análisis de RMN.

2) Cromatografía de gases

Aparato: GC-2010, Shimadzu Corp., Japón

Columna: columna DB-1, Agilent Technologies Corp., EE.UU., longitud: 30 m, diámetro interno: 0,250 mm, espesor de la película: 1,00 μm

Temperatura de la columna: mantenida a 50°C durante 5 minutos, seguido por aumento a una razón de 10°C/min hasta 200°C, mantenida a 200°C durante 5 minutos, seguido por aumento a una razón de 10°C/min hasta 300°C

Detector: FID

(1) Muestras de análisis de cromatografía de gases

Se pesaron aproximadamente 0,05 g de muestra, seguido por la adición de aproximadamente 1 g de acetona (deshidratada, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y aproximadamente 0,02 g de estándar interno en forma de tolueno (deshidratado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y se mezclaron hasta uniformidad para obtener las soluciones utilizadas como muestras de análisis de cromatografía de gases.

(2) Análisis cuantitativo

Los análisis se realizaron para cada estándar y se realizaron análisis cuantitativos en las soluciones de muestras de análisis en base a la curva de calibración resultante.

3) Espectrometría de masa por plasma de acoplamiento inductivo

Aparato: SPQ-8000, Seiko Electronics Corp., Japón

(1) Muestras de análisis de espectrometría de masa por plasma de acoplamiento inductivo

Se incineraron aproximadamente 0,15 g de muestra con ácido sulfúrico diluido seguido de disolución en ácido nítrico diluido.

(2) Análisis cuantitativo

Los análisis se realizaron para cada estándar y se realizaron análisis cuantitativos en las soluciones de muestra de análisis en base a la curva de calibración resultante.

5

[Ejemplo de referencia 1] Preparación de carbonato de bis(3-metilbutilo)

Etapas (A-1): Preparación de catalizador de dialquil estaño

10 Se colocaron 627 g (2,7 mol) de óxido de dibutil estaño (Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2000 g (22,7 mol) de 3-metil-1-butanol (Kuraray Co., Ltd., Japón) en un matraz aforado de 5000 ml en forma de berenjena. El matraz se unió a un evaporador (R-144, Shibata Co., Ltd., Japón) al que se conecta un baño de aceite (OBH-24, Masuda Corp., Japón) equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío (G -50A, Ulvac Inc., Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, Okano Seisakusho Co., Ltd.). La salida de la válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción que contiene gas nitrógeno a presión normal. Después de cerrar la válvula de purga del evaporador para reducir la presión en el interior del sistema, la válvula de purga se abrió gradualmente para permitir que el nitrógeno fluya en el sistema y volver a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó aproximadamente a 145°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y la se inició rotación del evaporador. Después de calentar durante aproximadamente 40 minutos en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador abierta, comenzó la destilación de 3-metil-1-butanol que contenía agua. Después de mantener en este estado durante 7 horas, la válvula de purga se cerró, la presión dentro del sistema se redujo gradualmente, y se destiló el exceso de 3-metil-1-butanol con la presión dentro del sistema de 74 a 35 kPa. Después que la fracción no apareció más, se sacó el matraz del baño de aceite. Después de dejar enfriar el matraz en la proximidad de la temperatura ambiente (25°C), se sacó el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente y la presión dentro del sistema retornó a la presión atmosférica. Se obtuvieron 1173 g de líquido de reacción en el matraz. Basado en los resultados del análisis de ¹¹⁹Sn-, ¹H-, y ¹³C-RMN, se confirmó que se había obtenido 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano con un rendimiento de un 99%, basado en óxido de dibutil estaño. El mismo procedimiento se repitió a continuación 12 veces para obtener un total de 10345 g de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano.

30

Etapas (A-2): Preparación de éster de ácido carbónico y recuperación de la composición de alquil estaño

Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al que se muestra en la figura 5. Se suministró 1,1,3,3-tetra-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano producido en la forma descrita anteriormente a razón de 4388 g/h a partir de una conducción de transferencia -4- en un reactor de tipo columna -102- lleno de Metal Gauze CY Packing (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y que tiene un diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm, y se suministró 3-metil-1-butanol purificado con una columna de destilación -101- a razón de 14953 g/h de una conducción de transferencia -2-. La temperatura del líquido en el interior del reactor -102- se ajustó a 160°C mediante un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -112- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G con una válvula de control de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue aproximadamente de 17 minutos. Se bombearon 3-metil-1-butanol, que contenía agua, a razón de 15037 g/h desde la parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6- y 3-metil-1-butanol (Kuraray Co., Ltd., Japón) a razón de 825 g/h a través de la conducción de alimentación -1-, a la columna de destilación -101- llena de Metal Gauze CY Packing (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y provista de un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -121- para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna de destilación -101-, se condensó una fracción que contiene una alta concentración de agua mediante el condensador -121- y se recuperó de la conducción de recuperación -3-. Se bombeó 3-metil-1-butanol purificado al reactor de tipo columna -102- a través de la conducción de transferencia -2- situado en la parte inferior de la columna de destilación -101-. Se obtuvo una composición (referida como una composición de catalizador) que contiene di-n-butil-bis(3-metilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano de la parte inferior del reactor de tipo columna -102-, y se suministró a un evaporador de película delgada -103- (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de la conducción de transferencia -5-. El 3-metil-1-butanol se separó por destilación en el evaporador de película delgada -103- y se retornó al reactor de tipo columna -102- a través de un condensador -123-, la conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de catalizador se bombeó desde la parte inferior del evaporador de película delgada -103- a través de la conducción de transferencia -7- y se suministró a un autoclave -104-, a la vez que se ajustó el flujo de di-n-butil-bis(3-metilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano aproximadamente a 5130 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave mediante la conducción de transferencia -9-, a razón de 973 g/h, y la presión dentro del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura dentro del autoclave se ajustó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición del catalizador para obtener un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). Este líquido de reacción se transfirió a un tanque de descarbonización -105- a través de la conducción de transferencia -10- y una válvula de control, para eliminar el dióxido de carbono residual, y el dióxido de carbono se recuperó a partir de la conducción de transferencia -11-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió a un evaporador de película delgada -106- (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142°C y aproximadamente a 0,5 kPa a través de la conducción de transferencia -12- y se suministró a la vez que se ajustó el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano

65

aproximadamente a 4388 g/h para obtener una fracción que contiene carbonato de bis(3-metilbutil). Por otra parte, el residuo de evaporación se distribuyó al reactor de tipo columna -102- a través de la conducción de transferencia -13- y la conducción de transferencia -4-, a la vez que se ajustó el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano aproximadamente a 4388 g/h. La fracción que contiene carbonato de bis(3-metilbutil) se suministró a una columna de destilación -107- rellena de Metal Gauze CY Packing (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y equipada con un generador de vapor ("reboiler") -117- y un condensador -127-, a través de un condensador -126- y una conducción de transferencia -14- a razón de 959 g/h, seguido de purificación por destilación para obtener un 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutil) de una conducción de recuperación -15- a razón de 944 g/h.

10 [Ejemplo de referencia 2] Preparación de carbonato de bis(2-etilbutilo)

Etapa (B-1): Preparación de catalizador de dialquil estaño

15 Se colocaron 893 g (2,48 mol) de óxido de di-n-octil estaño (Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2403 g (23,6 mol) de 2-etil-1-butanol en un matraz aforado de 5000 ml en forma de berenjena. El matraz se unió a un evaporador al que estaba conectado un baño de aceite, equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción que contenía gas nitrógeno a presión normal. Después de cerrar la válvula de purga del evaporador para reducir la presión en el interior del sistema, la válvula de purga se abrió gradualmente para permitir que el nitrógeno fluyera en el sistema y volviera a una presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó aproximadamente a 165°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después de calentar durante aproximadamente 40 minutos en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador abierta, comenzó la destilación de 2-etil-1-butanol que contenía agua. Después de mantener en este estado durante 7 horas, la válvula de purga se cerró, la presión dentro del sistema se redujo gradualmente, y el exceso de 2-etil-1-butanol se destiló con la presión dentro del sistema en 74 a 25 kPa. Después de que la fracción no apareció más, el recipiente se sacó del baño de aceite. Después de dejar que el recipiente se enfríe cerca de la temperatura ambiente (25°C), el recipiente se sacó del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente y la presión en el interior del sistema se retornó a la presión atmosférica. Se obtuvieron 1114 g de líquido de reacción en el recipiente. Basado en los resultados de los análisis de ¹¹⁹Sn-, ¹H y ¹³C-RMN, se confirmó que se había obtenido 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano con un rendimiento del 99% basado en óxido de di-n-octil estaño. A continuación, el mismo procedimiento se repitió 12 veces para obtener un total de 13380 g de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano.

35 Etapa (B-2): Preparación de éster de ácido carbónico y recuperación de la composición de alquil estaño.

Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al que se muestra en la figura 5. Se suministró 1,1,3,3-Tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano preparado en la forma descrita anteriormente a razón de 6074 g/h desde la conducción de transferencia -4- en el reactor de tipo columna -102- relleno de Metal Gauze CY Packing y que tiene un diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm, y se suministró 2-etil-1-butanol purificado con la columna de destilación -101- a razón de 12260 g/h desde la conducción de transferencia -2-. La temperatura del líquido en el interior del reactor -102- se ajustó a 160°C mediante un calentador y el generador de vapor ("reboiler") -112-, y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G con una válvula de control de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se bombearon 2-etil-1-butanol que contenía agua a razón de 12344 g/h desde la parte superior del reactor a través de la conducción de transferencia -6-, y 2-etil-1-butanol a razón de 958 g/h a través de la conducción de alimentación -1- , a la columna de destilación -101- rellena de Metal Gauze CY Packing y provista de un generador de vapor ("reboiler") -111- y el condensador -121- para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna de destilación -101-, se condensó una fracción que contiene una alta concentración de agua mediante el condensador -121- y se recuperó de la conducción de recuperación -3-. Se bombeó 2-etil-1-butanol purificado al reactor de tipo columna -102- a través de la conducción de transferencia -2- ubicada en la parte inferior de la columna de destilación -101-. Se obtuvo una composición (referida como una composición de catalizador) que contiene di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano de la parte inferior del reactor de tipo columna -102-, y se suministró al evaporador de película delgada -103- a través de la conducción de transferencia -5-. El 2-etil-1-butanol se separó por destilación en el evaporador de película delgada -103- y se devolvió al reactor de tipo columna -102- a través del condensador -123-, la conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de catalizador se bombeó desde la parte inferior del evaporador de película delgada -103- a través de la conducción de transferencia -7- y se suministró al autoclave -104-, mientras se ajustó el flujo de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano a aproximadamente 6945 g/h. Se suministró el dióxido de carbono al autoclave por la conducción de transferencia -9-, a razón de 973 g/h, y la presión en el interior del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura en el interior del autoclave se ajustó en 120°C, el tiempo de residencia se ajustó a aproximadamente a 4 horas, y la reacción entre el dióxido de carbono y la composición del catalizador se llevó a cabo para obtener un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo). Este líquido de reacción se transfirió al tanque de descarbonización -105- a través de la conducción de transferencia -10- y una válvula de control para eliminar el dióxido de carbono residual, y el dióxido de carbono se recuperó de la conducción de transferencia -11-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió al evaporador de película delgada -106- ajustado aproximadamente a 142°C y aproximadamente 0,5 kPa a través de la conducción de

transferencia -12- y se suministró mientras se ajusto el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano a aproximadamente 6074 g/h para obtener una fracción que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo). Por otra parte, el residuo de evaporación se hizo circular al reactor de tipo columna -102- a través de la conducción de transferencia -13- y la conducción de transferencia -4-, mientras se ajustó el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano a aproximadamente 6074 g/h. La fracción que contiene carbonato de bis(2-etilbutil) se suministró a la columna de destilación -107- rellena de Metal Gauze CY Packing (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y equipada con el generador de vapor ("reboiler") -117- y el condensador -127- , a través del condensador -126- y la conducción de transferencia -14- a razón de 959 g/h, seguido de purificación por destilación para obtener un 99% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) de la conducción de recuperación -16- a razón de 1075 g/h.

[Ejemplo de Referencia 3] Preparación de carbonato de di(n-butilo).

Etapa (C-1): Preparación de tetraalquil dialcoxi diestanoxano.

Se colocaron 692 g (2,78 mol) de óxido de di-n-butil estaño y 2000 g (27 moles) de 1-butanol (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en un matraz aforado en forma de berenjena de 3000ml. El matraz que contiene la mezcla blanca similar a una suspensión se unió a un evaporador al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga de este evaporador se conectó a una conducción que contiene nitrógeno gaseoso que fluye a presión normal. Después de cerrar la válvula de purga del evaporador para reducir la presión en el interior del sistema, la válvula de purga se abrió gradualmente para permitir que el nitrógeno fluya en el sistema y volver a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó a 126°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después de calentar y agitar mediante rotación durante aproximadamente 30 minutos a presión normal con la válvula de purga del evaporador abierta, la mezcla ebullo y comenzó la destilación de los componentes de bajo punto de ebullición. Después de mantener en este estado durante 8 horas, la válvula de purga se cerró, la presión en el interior del sistema se redujo gradualmente, y se destilaron los componentes de bajo punto de ebullición restantes con la presión en el interior del sistema de 76 a 54 kPa. Después de que no aparecieran los componentes de bajo punto de ebullición, el matraz se sacó del baño de aceite. El líquido de reacción estaba en forma de un líquido claro. Posteriormente, el matraz se sacó del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente y la presión en el interior del sistema retorno a la presión normal. Se obtuvieron 952 g de líquido de reacción en el matraz. Basado en los resultados de los análisis de ^{119}Sn , ^1H y ^{13}C -RMN, se obtuvo un producto en forma de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(n-butiloxi) diestanoxano con un rendimiento del 99% basado en óxido de di-n-butil estaño. A continuación, se repitió el mismo procedimiento se repitió 12 veces para obtener un total de 11488 g de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestanoxano.

Etapa (C-2): Preparación de éster de ácido carbónico

Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al mostrado en la figura 5. Se suministró 1,1,3,3-tetra-butil-1,3-di(butiloxi) diestanoxano producido en la etapa 1 a razón de 4201 g/h desde la conducción de transferencia -4- a un reactor de tipo columna relleno con Mellapak 750Y y que tiene un diámetro interior de 151 mm y la longitud efectiva de 5040 mm, y se suministró 1-butanol purificado con la columna de destilación -101- al reactor de tipo columna -102- a razón de 24717 g/h desde la conducción de alimentación -2-. La temperatura del líquido en el interior del reactor se ajustó a 160°C mediante un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -112-, y la presión se ajustó a aproximadamente a 250 kPa-G con una válvula de control de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 10 minutos. Se bombeó 1-butanol que contiene agua a razón de 24715 g/h desde la parte superior del reactor a través de la conducción de transferencia -6-, y 1-butanol a razón de 824 g/h a través de la conducción de alimentación -1-, a la columna de destilación -101- rellena con Metal Gauze CY Packing y provista con el generador de vapor ("reboiler") -111- y el condensador -121- para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna de destilación -101-, se condensó una fracción que contiene una alta concentración de agua mediante el condensador -121- y se recuperó de la conducción de transferencia -3-. Se bombeó 1-butanol a través de la conducción de transferencia -2- ubicado en la parte inferior de la columna de destilación -101-. Se obtuvo una composición (referida como composición de catalizador) que contiene dibutóxido de dibutil estaño y 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestanoxano de la parte inferior del reactor de tipo de columna -102-, y se suministró al evaporador de película delgada -103- a través de la conducción de transferencia -5-. El 1-butanol se separó por destilación en el evaporador de película delgada -103- y se devolvió al reactor de tipo columna -102- a través del condensador -123-, la conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de catalizador se bombeó desde la parte inferior del evaporador de película delgada -103- a través de la conducción de transferencia -7- y se suministró al autoclave -104- mientras se ajustó el flujo de los componentes activos en forma de dibutóxido de dibutil estaño y 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestanoxano a aproximadamente 4812 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave por la conducción de alimentación -9- a razón de 973 g/h, y la presión en el interior del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura en el interior del autoclave se ajustó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición del catalizador para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de dibutilo. Este líquido de reacción se transfirió al tanque de descarbonización -105- a través de la conducción de transferencia -10- y una válvula de control para eliminar el dióxido de carbono

residual, y el dióxido de carbono se recuperó de la conducción de transferencia -11. Posteriormente, el líquido de reacción se bombeó al evaporador de película delgada -106- ajustado a aproximadamente 140°C y aproximadamente 1,4 kPa a través de la conducción de transferencia -12- y se suministró mientras se ajustó el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestanoxano aproximadamente a 4201 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de dibutilo. Por otra parte, el residuo de evaporación se hizo circular al reactor de tipo columna -102- a través de la conducción de transferencia -13- y la conducción de transferencia -4-, mientras se ajustó el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestanoxano a aproximadamente 4201 g/h. La fracción que contenía carbonato de dibutilo se suministró a la columna de destilación -107- rellena de Metal Gauze CY Packing y equipada con el generador de vapor ("reboiler") -117- y el condensador -127- a través del condensador -126- y la conducción de transferencia -14- a razón de 830 g/h, seguido de purificación por destilación para obtener 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) de la conducción de recuperación -16- a razón de 814 g/h.

[Ejemplo 1]

Se colocaron 240 g de diacetato de di-n-butil estaño (Aldrich Corp., EE.UU.) y 692 g de carbonato de bis(3-metilbutilo) producido en la etapa (A-2) del Ejemplo de Referencia 1 en un matraz aforado en forma de berenjena de 2 L en una atmósfera de nitrógeno a presión atmosférica, y un condensador Dimroth y una válvula de tres vías se unieron al matraz. El matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 150°C y se calentó durante 5 horas mientras se agitaba el contenido. El matraz se unió a un evaporador rotatorio al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador rotatorio se conectó a una conducción que contiene nitrógeno gaseoso que fluye a presión atmosférica. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se ajustó a 150°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador rotatorio. Se separó por destilación un componente de bajo punto de ebullición durante aproximadamente 7 horas en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador rotatorio abierta, después de lo cual la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se separó por destilación un componente residual de bajo punto de ebullición con la presión dentro del sistema de 76 a 10 kPa. Cuando la fracción del componente de bajo punto de ebullición no apareció más, se retiró el matraz del baño de aceite y se dejó enfriar. Se obtuvieron 287 g de líquido residual en el matraz. Basado en los resultados de los análisis ^1H -, ^{13}C -y ^{119}Sn -RMN, el líquido residual en el matraz era una solución que contenía un 92,0% en peso de di-n-butyl-bis(3- metilbutiloxi) estaño.

Por otra parte, se recuperaron 598 g del componente de bajo punto de ebullición. Cuando se analizó por cromatografía de gases, el componente de bajo punto de ebullición contenía aproximadamente un 28% en peso de acetato de isoamilo.

[Ejemplo 2]

Se obtuvieron 399 g de un líquido residual llevando a cabo el mismo método que en el Ejemplo 1 con la excepción de que se utilizaron 310 g de 1,1,3,3-tetra-n-butyl-1,3-diacetoxi diestanoxano (Aldrich Corp., EE.UU.) en lugar de diacetato de di-n-butyl estaño, y se utilizaron 900 g de carbonato de di(n-butilo) en lugar de carbonato de bis(3-metilbutilo). El líquido residual contenía un 93,4% en peso de di-n-butyl-di(n-butiloxi) estaño. Además, el componente de bajo punto de ebullición contenía 29,4% en peso de acetato de butilo.

[Ejemplo 3]

Se obtuvieron 165 g de un líquido residual llevando a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1 con la excepción de que se utilizaron 290 g de dilaurato de di-n-butyl-estaño (Aldrich Corp., EE.UU.) en lugar de diacetato de di-n-butyl-estaño, se utilizaron 326 g de carbonato de dietilo (Aldrich Corp., EE.UU.) en lugar de carbonato de bis(3-metilbutil), y se ajustó la temperatura del baño de aceite a 130°C. El líquido residual contenía un 83,5% en peso de di-n-butyl-dietil estaño. Además, el componente de bajo punto de ebullición contenía 47,3% en peso de laurato de etilo.

[Ejemplo 4]

Se obtuvieron 206 g de un líquido residual llevando a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1 con la excepción de que se utilizaron 300 g de dilaurato de di-n-butyl estaño en lugar de diacetato de di-n-butyl estaño, se utilizaron 343 g de carbonato de dimetilo (Aldrich Corp., EE.UU.) en lugar de carbonato de bis(3-metilbutilo), se ajustó la temperatura del baño de aceite a 90°C y se calentó durante 20 horas. El líquido residual contenía un 40,8% en peso de di-n-butyl-dimetil estaño. Además, el componente de bajo punto de ebullición contenía un 30% en peso de laurato de metilo.

[Ejemplo 5]

Se obtuvieron 162 g de un líquido residual llevando a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1 con la excepción de que se utilizaron 135 g de diacetato de di-n-butilo y se utilizaron 494 g de carbonato de difenilo (Aldrich

Corp., EE.UU.) en lugar de carbonato bis(3-metilbutilo). El líquido residual contenía un 95,4% en peso de di-n-butil-difenil estaño. Además, el componente de bajo punto de ebullición contenía un 23% en peso de acetato de fenilo.

[Ejemplo 6]

5 Se colocaron 221 g de diacetato de di-n-butil estaño y 515 g de 2-etil-1-butanol (reactivo garantizado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en un matraz aforado en forma de berenjena de 2L en una atmósfera de nitrógeno a presión atmosférica, y el matraz se unió a un evaporador rotatorio al que se conectó un baño de aceite equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador rotatorio se conectó a una conducción que contiene nitrógeno gaseoso a presión atmosférica. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se ajustó a 140°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador rotatorio. Se separó por destilación un componente de bajo punto de ebullición durante aproximadamente 7 horas en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador rotatorio abierta, después de lo cual la presión en el sistema se redujo gradualmente, y el componente residual de bajo punto de ebullición se separó por destilación con la presión en el interior del sistema de 76 a 10 kPa. Cuando la fracción del componente de bajo punto de ebullición ya no apareció, se retiró el matraz del baño de aceite y se dejó enfriar. Se obtuvieron 274 g de líquido residual en el matraz. Basado en los resultados de los análisis de ¹H-, ¹³C- y ¹¹⁹Sn-RMN, el líquido residual en el matraz era una solución que contenía un 96,0% en peso de di-n-butil-bis(2-etilbutilo) estaño.

20 Por otra parte, se recuperaron 563 g de componente de bajo punto de ebullición. Cuando se analizó por cromatografía de gases, el componente de bajo punto de ebullición contenía aproximadamente un 30,9% en peso de acetato de (2-etilbutilo).

25 [Ejemplo 7]

Se obtuvieron 306 g de un líquido residual llevando a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 6 con la excepción de que se utilizaron 255 g de diacetato de di-n-butil estaño, y se utilizaron 961 g de 3-metil-1-butanol (Tokio Chemical Industry Co., Ltd., Japón) en lugar de 2-etil-1-butanol. El líquido residual contenía un 92,7% en peso de di-n-butil-bis(3-metilbutilo) estaño. Además, el componente de bajo punto de ebullición contenía un 18,0% en peso de acetato de isoamilo.

[Ejemplo 8]

35 Se obtuvieron 424 g de un líquido residual llevando a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 6 con la excepción de que se utilizaron 322 g de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-diacetoxi diestanoxano en lugar de diacetato de di-n-butil-estaño, y se utilizaron 1034 g de n-butanol en lugar de 2-etil-1-butanol. El líquido residual contenía un 77,3% en peso de di-n-butil-di(n-butilo) estaño y un 19,9% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(n-butilo) diestanoxano. Además, el componente de bajo punto de ebullición contenía un 17,2% en peso de acetato de butilo.

40 [Ejemplo 9]

Se obtuvieron 206 g de un líquido residual llevando a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 6 con la excepción de que se utilizaron 341 g de dilaurato de di-n-butil estaño en lugar de diacetato de di-n-butil estaño, y se utilizaron 363 g de metanol (Aldrich Corp., EE.UU.) en lugar de 2-etil-1-butanol. El líquido residual contenía un 59,5% en peso de di-n-butil-dimetoxi estaño y un 38,1% en peso de dilaurato de di-n-butil-estaño. Además, el componente de bajo punto de ebullición contenía un 34,8% en peso de laurato de metilo.

[Ejemplo 10]

50 Se obtuvieron 389 g de un líquido residual llevando a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 6 con la excepción de que se utilizaron 320 g de diacetato de di-n-butil estaño, y se utilizaron 1029 g de fenol (para la extracción de ácido nucleico, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en lugar de 2-etil-1-butanol. El líquido residual contenía un 95,3% en peso de di-n-butil-difenoxi estaño. Además, el componente de bajo punto de ebullición contenía un 22% en peso de acetato de fenilo.

[Ejemplo 11]

60 Se colocaron 289 g de diacetato de di-n-butil estaño y 1024 g de carbonato bis(2-etilbutilo) en un matraz aforado en forma de berenjena de 2L en una atmósfera de nitrógeno a presión atmosférica, y el matraz se unió a un evaporador rotatorio al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador rotatorio se conectó a una conducción que contenía nitrógeno gaseoso que fluye a presión atmosférica. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se ajustó a 280°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador rotatorio. Un componente de bajo punto de ebullición se separó por destilación durante aproximadamente 7 horas en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de

purga del evaporador rotatorio abierta, después de lo cual la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se separó por destilación un componente residual de bajo punto de ebullición con la presión en el interior del sistema de 76 a 10 kPa. Cuando la fracción del componente de bajo punto de ebullición se dejó de observar, se retiró el matraz del baño de aceite y se dejó enfriar. Se obtuvieron 365 g de líquido residual en el matraz. Basado en los resultados de los análisis de ^1H -, ^{13}C - y ^{119}Sn -RMN, el líquido residual en el matraz era una solución que contenía un 79,7% en peso de di-n-butyl-bis(2-etilbutiloxi) estaño y un 7,6% en peso de tri-n-butyl-(2-etilbutiloxi) estaño.

Por otra parte, se recuperaron 888 g de componente de bajo punto de ebullición. Cuando se analizó por cromatografía de gases, el componente de bajo punto de ebullición contenía aproximadamente un 25,2% en peso de acetato de (2-etilbutilo).

[Ejemplo 12]

Se obtuvieron 356 g de un líquido residual llevando a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 11 con la excepción de que se utilizaron 310 g de diacetato de di-n-butilo, se utilizaron 934 g de 3-metil-1-butanol y se ajustó la temperatura del baño de aceite a 30°C. El líquido residual contenía un 53,5% en peso de di-n-butyl-bis(3-metilbutil) estaño. Además, el componente de bajo punto de ebullición contenía un 12,8% en peso de acetato de isoamil.

[Ejemplo 13]

Etapa (13-1): Preparación de catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 972 g (2,7 mol) de óxido de di-n-octil estaño (Sankyo químicos orgánicos Co., Ltd., Japón) y 2100 g (23,9 mol) de 3-metil-1-butanol en un matraz aforado en forma de berenjena de 5000 mL. El matraz se unió a un evaporador al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción que contiene nitrógeno gaseoso que fluye a presión normal. Después de cerrar la válvula de purga del evaporador para reducir la presión en el interior del sistema, la válvula de purga se abrió gradualmente para permitir que el nitrógeno fluya hacia el sistema y retornar a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó aproximadamente a 145°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después de calentar durante aproximadamente 40 minutos en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador abierta, se inició la destilación de 3-metil-1-butanol que contenía agua. Después de mantener este estado durante 7 horas, la válvula de purga se cerró, la presión dentro del sistema se redujo gradualmente, y el exceso de 3-metil-1-butanol se destiló con la presión dentro del sistema de 74 a 35 kPa. Después que la fracción no apareció más, el matraz se sacó del baño de aceite. Después de dejar enfriar el matraz aproximadamente a temperatura ambiente (25°C), el matraz se sacó del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente y la presión dentro del sistema retornó a la presión atmosférica. Se obtuvieron 1176 g de líquido de reacción en el matraz. Basado en los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H y ^{13}C -RMN, se confirmó que se obtuvo 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano con un rendimiento del 99% basado en óxido de di-n-octil estaño. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 14120 g de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano.

Etapa (13-2): Preparación de éster de ácido carbónico y recuperación de la composición de alquil estaño

Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al mostrado en la figura 5. Se suministró 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano preparado en la forma descrita anteriormente a razón de 5887 g/h desde la conducción de transferencia -4- en el reactor de tipo columna -102- relleno de Metal Gauze CY Packing y que tiene un diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm, y se suministró 3-metil-1-butanol purificado con la columna de destilación -101- se suministró a razón de 14953 g/h desde la conducción de transferencia -2-. La temperatura del líquido en el interior del reactor -102- se ajustó a 160°C mediante un calentador y el generador de vapor ("reboiler") -112-, y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G con una válvula de control de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se bombeó 3-metil-1-butanol que contenía agua a razón de 15037 g/h desde la parte superior del reactor a través de la conducción de transferencia -6-, y 3-metil-1-butanol a razón de 824 g/h a través de la conducción de alimentación -1-, a la columna de destilación -101- rellena de Metal Gauze CY Packing y provista con el generador de vapor ("reboiler") -111- y el condensador -121- para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna de destilación -101-, se condensó una fracción que contenía una alta concentración de agua mediante el condensador -121- y se recuperó de la conducción de recuperación -3-. Se bombeó 3-metil-1-butanol purificado al reactor de tipo columna -102- a través de la conducción de transferencia -2- situada en la parte inferior de la columna de destilación -101-. Se obtuvo una composición (referida como una composición de catalizador) que contiene di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano de la parte inferior del reactor de tipo columna -102-, y se suministró al evaporador de película delgada -103- a través de la conducción de transferencia -5-. El 3-metil-1-butanol se separó por destilación en el evaporador de película delgada -103- y se retronó al reactor de tipo columna -102- a través del condensador -123-, la conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de catalizador se bombeó desde la parte inferior del evaporador de película delgada -103- a través de la conducción de transferencia -7- y se suministró al autoclave

5 -104-, mientras se ajustó el flujo de di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano aproximadamente a 6627 g/h. Se suministró dióxido de carbono a la autoclave a través de la conducción de transferencia -9-, a razón de 973 g/h, y la presión dentro del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura dentro del autoclave se ajustó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición del catalizador para obtener un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). Este líquido de reacción se transfirió al tanque de descarbonización -105- a través de la conducción de transferencia -10- y una válvula de control para eliminar el dióxido de carbono residual, y el dióxido de carbono se recuperó de la conducción de transferencia -11-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió al evaporador de película delgada -106- ajustado aproximadamente a 142°C y aproximadamente a 0,5 kPa a través de la conducción de transferencia -12- y se suministró mientras se ajustó el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano aproximadamente a 5887 g/h para obtener una fracción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). Por otra parte, el residuo de evaporación se hizo circular en el reactor de tipo columna -102- a través de la conducción de transferencia -13- y la conducción de transferencia -4-, mientras se ajustó el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano aproximadamente a 5887 g/h. La fracción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) se suministró a la columna de destilación -107- rellena de Metal Gauze CY Packing y equipado con el generador de vapor ("reboiler") -117- y el condensador -127- a través del condensador -126- y la conducción de transferencia -14- a razón de 959 g/h seguido de purificación por destilación para obtener un 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) de la conducción de recuperación -15- a razón de 944 g/h. Cuando se analizó la composición de catalizador de alcóxido de alquil estaño de la conducción de transferencia -13- mediante análisis de ¹¹⁹Sn-, ¹H-y ¹³C-RMN, se encontró que contenía 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano, pero no contenía di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño. Después de llevar a cabo la operación continua mencionada anteriormente durante aproximadamente 240 horas, se extrajo la composición de catalizador de la conducción de extracción -16- a razón de 18 g/h, mientras se suministró 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano preparado según el procedimiento anterior se suministra desde una conducción de alimentación -17- a razón de 18 g/h, y se extrajeron 200 g de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano de la conducción de extracción -16-. Cuando la composición de alquil estaño se analizó mediante ¹¹⁹Sn-RMN, además de que contenía aproximadamente un 60% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano, se observaron tri-n-octil-(3-metilbutiloxi) estaño junto con una pluralidad de desplazamientos de RMN de componentes desactivados de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano de -240 hasta -605 ppm.

Etapa (13-3): Reacción de intercambio de sustituyentes de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano.

35 Se colocaron 350 g de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenido en la etapa (13-2) en un matraz de forma de berenjena de 1 L en una atmósfera de nitrógeno seguido de la adición de 95 g de ácido acético (reactivo garantizado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y 325 g de anhídrido acético (reactivo garantizado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón), se agitó durante 1 hora a 25°C. Un cabezal de fraccionamiento equipado con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro que se unieron al matraz, y después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión dentro del recipiente se redujo gradualmente y se separó por destilación el exceso de ácido acético, anhídrido acético y similares para obtener un destilado. Cuando el destilado se analizó mediante cromatografía de gases, se encontró que el destilado contenía ácido acético, anhídrido acético y 3-metil-1-butanol. Se obtuvieron 368 g de residuo en el matraz. Cuando el residuo se midió por ¹H-y ¹¹⁹Sn-RMN, se encontró que el residuo era una mezcla de tri-n-octil acetoxi estaño, di-n-octil diacetoxi estaño y compuestos orgánicos de estaño que contienen átomos de estaño, demostrando una pluralidad de desplazamientos químicos de -240 a -605 ppm en ¹¹⁹Sn-RMN. Esta mezcla contenía un 27,9% en peso de tri-n-octil acetoxi estaño y un 50,0% en peso de di-n-octil diacetoxi estaño.

50 Etapa (13-4): Reacción de redistribución de grupos alquilo.

55 Se colocaron 365 g de la mezcla obtenida en la etapa (13-3) en un recipiente de presión metálico de 500 ml (Modelo TSV-N2, Taiatsu Techno Corp., Japón) en una atmósfera de nitrógeno. El recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 3 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta aproximadamente la temperatura ambiente, se recuperó el líquido de reacción. Cuando se llevó a cabo la medición de ¹H- y ¹¹⁹Sn-RMN en el líquido de reacción, se determinó que el líquido de reacción era una mezcla de compuestos de estaño orgánicos que contienen di-n-octil diacetoxi estaño y tri-n-octil acetoxi estaño, y contenía un 94,0% en peso de di-n-octil-diacetoxi estaño y aproximadamente un 3% en peso de tri-n-octil acetoxi estaño.

60 Etapa (13-5): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

65 Se colocaron 363 g de la mezcla obtenida en la etapa (13-4) y 366 g de 3-metil-1-butanol en matraz de cuatro bocas de 2L. Un cabezal de fraccionamiento equipado con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro se unieron al matraz, y después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno al vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 140°C. Después de calentar mientras se agitaba durante

aproximadamente 5 horas, la presión dentro del sistema se redujo gradualmente y se separó por destilación un componente de bajo punto de ebullición para obtener 410 g de residuo en el matraz. Cuando se midió el residuo mediante ^1H - y ^{119}Sn -RMN, se encontró que el residuo era una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que contienen di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño, tri-n-octil-(3-metilbutiloxi) estaño, y contenía un 93,3% en peso de di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño y aproximadamente un 3,1% en peso de tri-n-octil-(3-metilbutiloxi) estaño.

Por otro lado, se recuperaron 453 g del componente de bajo punto de ebullición, y el componente de bajo punto de ebullición contenía un 45% en peso de acetato de isoamilo.

10 [Ejemplo 14]

Etapa (14-1): Separación de tri-n-octil-(3-metilbutiloxi) estaño

15 Se colocaron 180 g de una composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenido de forma similar que en la etapa (13-2) del Ejemplo 13 en un matraz en forma de berenjena de 500 mL, una válvula de tres vías, una columna de destilación rellena con Helipack No. 3 y que medía 45 cm de longitud, un cabezal de fraccionamiento equipado con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro se unieron al matraz, y el interior del recipiente fue reemplazado con nitrógeno al vacío. El interior del recipiente retornó a la presión atmosférica y el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado
20 aproximadamente a 230°C. Después de aproximadamente 20 minutos, la presión dentro del recipiente se redujo gradualmente y los componentes destilados fueron recuperados cuando la temperatura del contenido del matraz alcanzó aproximadamente 210°C. Finalmente, la destilación se terminó cuando la presión dentro del recipiente alcanzó aproximadamente 0,01 kPa. El destilado y el residuo en el interior del matraz se sometieron a medición de ^1H - y ^{119}Sn -RMN. El destilado era tri-n-octil-(3-metilbutiloxi) estaño. El residuo en el interior del matraz contenía un
25 73,5% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano, y según ^{119}Sn -RMN, era una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que contienen átomos de estaño que demuestran una pluralidad de desplazamientos químicos a -240 a -605 ppm. Habían 33,2 g del destilado resultante y 146,8 g de residuo en el interior del matraz.

30 Etapa (14-2): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se colocaron 32,1 g de tri-n-octil-(3-metilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (14-1) en un matraz en forma de berenjena de 300 ml seguido de la adición de 27,2 g de anhídrido acético y se agitó durante 1 hora a 25°C. Un cabezal de fraccionamiento equipado con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un
35 termómetro, que se unieron al matraz, y después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno al vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión dentro del recipiente se redujo gradualmente y el exceso de anhídrido acético y similares se separó por destilación para obtener 30,5 g de un residuo en el matraz. Cuando se midió el residuo mediante ^1H - y ^{119}Sn -RMN, se determinó que el residuo era tri-n-octil acetoxi estaño.

40 Por otro lado, se colocaron 145 g del residuo que contiene un 73,5% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenido en la etapa (14-1) en un recipiente de presión metálico de 500 ml seguido por la adición de 180,6 g de anhídrido acético y se agitó. El recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 3 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta aproximadamente la temperatura ambiente (25°C), el contenido se transfirió a un matraz en forma de
45 berenjena de 500 ml. Un cabezal de fraccionamiento equipado con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro que se unieron al matraz, y después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno al vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión dentro del recipiente se redujo gradualmente, y se separaron por destilación acetato de isoamilo y el anhídrido acético en exceso por destilación para obtener 155 g de un residuo en el matraz. Cuando se midió el residuo mediante ^1H - y ^{119}Sn -RMN,
50 se encontró que el residuo era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño y n-octil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue de un 78,5% en peso, mientras que el contenido de n-octil triacetoxi estaño era de un 21,3% en peso. Esta mezcla se mezcló con el tri-n-octil acetoxi estaño obtenido anteriormente y se utilizó como materia prima de la etapa posterior (14-3).

55 Etapa (14-3): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se recuperó un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (13-4) del Ejemplo 13 con la excepción de que se utilizaron 183 g de la mezcla obtenida en la etapa (14-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (13-3) en una atmósfera de nitrógeno. Cuando se midió el líquido de reacción mediante ^1H - y ^{119}Sn -
60 RMN, se determinó que el líquido de la reacción era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño y n-octil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue de un 94,5% en peso.

Etapa (14-4): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

65 Se obtuvieron 210 g de un residuo llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (13-5) del Ejemplo 13 con la excepción de que se utilizaron 182 g de la mezcla obtenida en la etapa (14-3) en lugar de la mezcla obtenida

en la etapa (13-4) y se utilizaron 213 g de 3-metil-1-butanol. Cuando se midió el residuo mediante ^1H - y ^{119}Sn -RMN, el residuo contenía un 91% en peso de di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño. Por otro lado, se recuperaron 239 g de un componente de bajo punto de ebullición, y el componente de bajo punto de ebullición contenía un 42,2% en peso de acetato de isoamilo.

5

[Ejemplo 15]

Etapa (15-1): Preparación de catalizador de dialquil estaño

10 Se colocaron 893 g (2,48 mol) de óxido de di-n-octil estaño (Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2403 g (23,6 mol) de 2-etil-1-butanol en un matraz aforado de forma de berenjena de 5000 mL. El matraz se unió a un evaporador al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción que contiene nitrógeno gaseoso que fluye a una presión normal. Después de cerrar la válvula de purga del evaporador
15 para reducir la presión en el interior del sistema, la válvula de purga se abrió gradualmente para permitir que el nitrógeno fluya en el sistema y retornar a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó aproximadamente a 165°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después de calentar durante aproximadamente 40 minutos en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador abierta, se inició la destilación de 2-etil-1-butanol que contiene agua. Después de
20 mantener este estado durante 7 horas, la válvula de purga se cerró, la presión dentro del sistema se redujo gradualmente, y se destiló el exceso de 2-etil-1-butanol con la presión dentro del sistema de 74 a 25 kPa. Después de que ya no apareció la fracción, el matraz se sacó del baño de aceite. Después de dejar enfriar el matraz aproximadamente a temperatura ambiente (25°C), el matraz se sacó del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente y la presión dentro del sistema retornó a la presión atmosférica. Se obtuvieron 1114 g de líquido de
25 reacción en el matraz. Basado en los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H y ^{13}C -RMN, se confirmó que se había obtenido 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano con un rendimiento del 99% basado en óxido de di-n-octil estaño. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 13380 g de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano.

30 Etapa (15-2): Preparación de éster de ácido carbónico y recuperación de la composición de alquil estaño

Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al mostrado en la figura 5. Se suministró 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano preparado en la forma descrita anteriormente a razón de 6074 g/h desde la conducción de transferencia -4- en el reactor de tipo columna -102- relleno de Metal Gauze CY Packing y que tiene un diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm, y se suministró 2-etil-1-butanol purificado con la columna de destilación -101- a razón de 12260 g/h desde la conducción de transferencia -2-. La temperatura del líquido en el interior del reactor -102- se ajustó a 160°C mediante un calentador y el generador de vapor ("reboiler") -112- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G con una válvula de control de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue aproximadamente de 17 minutos. Se bombearon 2-etil-1-butanol que contenía agua a razón de 12344 g/h desde la parte superior del reactor a través de la conducción de transferencia -6-, y 2-etil-1-butanol a razón de 958 g/h a través de la conducción de alimentación -1- , a la columna de destilación -101- rellena de Metal Gauze CY Packing y provista con el generador de vapor ("reboiler") -111- y el condensador -121- para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna de destilación -101-, se condensó una fracción que contiene una alta concentración de agua mediante el condensador -121- y se recuperó de la conducción de recuperación -3-. Se bombeó 2-etil-1-butanol al reactor de tipo columna -102- a través de la conducción de transferencia -2- situado en la parte inferior de la columna de destilación -101-. Se obtuvo una composición (referida como composición de catalizador) que contiene di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano de la parte inferior del reactor de tipo columna -102-, y se suministró al evaporador de película delgada -103- a través de la conducción de transferencia -5-. El 2-etil-1-butanol se separó por destilación en el evaporador de película delgada -103- y se retornó al reactor de tipo columna -102- a través del condensador -123-, la conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de catalizador se bombeó desde la parte inferior del evaporador de película delgada -103- a través de la conducción de transferencia -7- y se suministró al autoclave -104-, mientras se ajustó el flujo de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano aproximadamente a 6945 g/h. El dióxido de carbono se suministró al autoclave por la conducción de transferencia -9-, a razón de 973 g/h, y la presión dentro del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura dentro del autoclave se ajustó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición de catalizador para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo). Este líquido de reacción se transfirió al tanque de descarbonización -105- a través de la conducción de transferencia -10- y una válvula de control para eliminar el dióxido de carbono residual, y el dióxido de carbono se recuperó de la conducción de transferencia -11-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió al evaporador de película delgada -106- ajustado aproximadamente a 142°C y aproximadamente a 0,5 kPa a través de la conducción de transferencia -12- y se suministró mientras se ajustó el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano aproximadamente a 6074 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo). Por otra parte, el residuo de evaporación se hizo circular en el reactor de tipo columna -102- a través de la conducción de transferencia -13- y la conducción de transferencia -4-, mientras se ajustó el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano

65

aproximadamente a 6074 g/h. La fracción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo) se suministró a la columna de destilación -107- rellena de Metal Gauze CY Packing y equipada con el generador de vapor ("reboiler") -117- y el condensador -127- a través del condensador -126- y la conducción de transferencia -14- a razón de 959 g/h seguido de purificación por destilación para obtener un 99% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) de la conducción de recuperación -15- a razón de 1075 g/h. Cuando la composición de catalizador de la conducción de transferencia -13- se analizó mediante análisis de ^{119}Sn -, ^1H - y ^{13}C -RMN, se encontró que contenía 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano, pero no contenía di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño. Después de llevar a cabo la operación continua mencionada anteriormente durante aproximadamente 220 horas, la composición de catalizador se extrajo de la conducción de extracción -16- a razón de 18 g/h, mientras se suministró 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano producido según el procedimiento anterior desde la conducción de alimentación -17- a razón de 18 g/h, y se extrajeron 180 g de la composición de alquil estaño que contenía 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano de la conducción de extracción -16-. Cuando se analizó la composición de alquil estaño mediante ^{119}Sn -RMN, además de contener aproximadamente un 55% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano, se observó tri-n-octil-(2-etilbutiloxi) estaño junto con una pluralidad de desplazamientos de RMN de componentes desactivados de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano de -240 a -605 ppm.

Etapa (15-3): Reacción de intercambio de sustituyentes de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano

Se obtuvieron 198 g de una mezcla de tri-n-octil acetoxi estaño, di-n-octil diacetoxi estaño y compuestos orgánicos de estaño que contienen átomos de estaño que demuestran una pluralidad de desplazamientos químicos a -240 a -605 ppm en ^{119}Sn -RMN llevando a cabo el mismo método que en la etapa (13-3) del Ejemplo 13 con la excepción de que se utilizaron 195 g de la composición de alquil estaño que contenía 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano obtenido en la etapa (15-2) en lugar de la composición de alquil estaño obtenida en la etapa (13-2) y se utilizaron 220 g de anhídrido acético (no se utilizó ácido acético). En esta mezcla, el contenido de tri-n-octil acetoxi estaño fue de un 25,1% en peso y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño fue de un 54,9% en peso.

Etapa (15-4): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se recuperó un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (13-4) del Ejemplo 13 con la excepción de que se utilizaron 196 g de la mezcla obtenida en la etapa (15-3) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (13-3). Cuando se llevó a cabo la medición de ^1H - y ^{119}Sn -RMN en el líquido de reacción, se determinó que el líquido de reacción era una mezcla de di-n-octil diacetoxi estaño y n-octil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue de un 96,3% en peso.

Etapa (15-5): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

Se obtuvieron 232 g de un residuo llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (13-5) del Ejemplo 13 con la excepción de que se utilizaron 195 g de la mezcla obtenida en la etapa (15-4) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (13-4) y se utilizaron 258 g de 2-etil-1-butanol en lugar de 3-metil-1-butanol. Cuando se midió el residuo mediante ^1H - y ^{119}Sn -RMN, se encontró que el residuo contenía un 95,7% en peso de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño.

[Ejemplo 16]

Etapa (16-1): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6.

Una composición de formas desactivadas obtenida de la misma manera que en la etapa (13-2) del Ejemplo 13 se almacenó en un tanque de almacenamiento -201-. Se cargaron 4,27 kg de la composición de formas desactivadas en un tanque de agitación -204- equipado con una columna de destilación desde el tanque de almacenamiento -201- a través de una conducción -21-. El tanque de agitación -204- se calentó aproximadamente a 40°C y se añadieron 0,93 kg de ácido acético al tanque de agitación -204- desde un tanque de almacenamiento -202- a través de una conducción -22-. Después de agitar durante aproximadamente 1 hora, la presión dentro del tanque de agitación -204- se redujo aproximadamente a 0,13 kPa, el tanque de agitación -204- se calentó aproximadamente a 80°C y se destiló un componente de bajo punto de ebullición para recuperar 0,94 kg del componente de bajo punto de ebullición de una conducción -24-. A continuación, la presión dentro del tanque de agitación -204- se retornó a la presión atmosférica con nitrógeno y, a continuación, el tanque de agitación -204- se calentó aproximadamente a 100°C seguido de la adición de 1,87 kg de anhídrido acético desde un tanque de almacenamiento -203- a través de una conducción -23-. Después de agitar durante aproximadamente 3 horas, la presión dentro del tanque de agitación -204- se redujo aproximadamente a 1 kPa, el tanque de agitación -204- se calentó aproximadamente a 120°C y se destilaron los componentes de bajo punto de ebullición, tal como el anhídrido acético sin reaccionar, para recuperar aproximadamente 1,76 kg de componente de bajo punto de ebullición de la conducción -24-. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -204-. Cuando se tomó una muestra de este residuo y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -

RMN, se encontró que el residuo contenía un 45,2% en peso de diacetato de di-n-octil estaño y un 25,4% en peso de acetato de tri-n-octil estaño.

5 Etapa (16-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

5 A continuación, se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6. El tanque de
 10 agitación -204- que contiene el residuo se retornó a la presión atmosférica con nitrógeno seguido de calentamiento
 aproximadamente a 200°C y se agitó durante aproximadamente 2 horas. Cuando el residuo obtenido en el tanque de
 15 agitación -204- se muestreó y se analizó mediante ¹¹⁹Sn- y ¹H-RMN, se encontró que el residuo contenía un 90,2%
 en peso de diacetato de di-n-octil estaño y aproximadamente un 0,5% en peso de acetato de tri-n-octil estaño. A
 continuación, el residuo calentado aproximadamente a 200°C se alimentó a un evaporador de película delgada -205-
 20 en el que se había reducido la presión en el sistema aproximadamente a 0,26 kPa a través de una conducción -25-
 para llevar a cabo la separación por destilación. Se condensó un componente de la fase líquida en un condensador
 -207- a través de una conducción -27- y se recuperó en un tanque de agitación -208-. Se recuperó un componente
 15 de la fase líquida en un tanque de almacenamiento -206- a través de una conducción -26-. Cuando el compuesto
 recuperado en el tanque de agitación -208- se analizó mediante ¹¹⁹Sn- y ¹H-RMN, se encontró que el residuo
 contenía un 98,4% en peso de diacetato de di-n-octil estaño y aproximadamente un 0,3% en peso de acetato de tri-
 n-octil estaño. Por otro lado, habían 0,28 kg del componente de la fase líquida recuperado en el tanque de
 20 almacenamiento -206-. Este componente de la fase líquida se transfirió al tanque de almacenamiento -201- a través
 de una conducción -20- y se recicló para su utilización como materia prima de la etapa (16-1).

Etapa (16-3): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

25 Se cargaron 15,33 kg de n-propanol (deshidratado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en un tanque de
 agitación -208- equipado con una columna de destilación, desde un tanque de almacenamiento -210 a través de una
 conducción -30-. Después de calentar aproximadamente a 100°C con el tanque de agitación -208- sellado y
 reaccionaron durante aproximadamente 40 horas, se recuperó n-propanol sin reaccionar por destilación desde una
 30 conducción -28-. Hubo aproximadamente 15,33 kg del componente destilado y el contenido de n-propanol fue de un
 86,8% en peso, mientras que el contenido de acetato de propilo fue de 11,2% en peso.

30 A continuación, se cargaron 3,74 kg de 3-metil-1-butanol en el tanque de agitación -208- desde un tanque de
 almacenamiento -211- a través de una conducción -31-. Después de calentar el tanque de agitación -208-
 aproximadamente a 130°C y agitar durante aproximadamente 3 horas, la presión dentro del tanque de agitación
 -208- se redujo, y se recuperó un componente de bajo punto de ebullición que contiene 3-metil-1-butanol y similares
 35 desde la conducción -28-. Se recuperaron 3,28 kg del componente de bajo punto de ebullición, y el componente de
 bajo punto de ebullición contenía un 69,5% en peso de 3-metil-1-butanol y un 30,5% en peso de n-propanol.

40 Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -208- en un tanque de almacenamiento -209- a través de
 una conducción -29-. Cuando se tomó una muestra del producto recuperado y se analizó mediante ¹¹⁹Sn- y ¹H-NMR,
 se encontró que el producto recuperado contenía un 97,1% en peso de di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño.

[Ejemplo 17]

45 Etapa (17-1): Reacción de intercambio de sustituyentes

50 Se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6. Una composición de alquil
 estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenida utilizando el mismo
 procedimiento que en la etapa (13-2) del Ejemplo 13 se almacenó en el tanque de almacenamiento -201-. Se
 recuperaron aproximadamente 2,37 kg de un componente de bajo punto de ebullición de la conducción -24-
 mediante destilación de los componentes de bajo punto de ebullición, tal como anhídrido propiónico sin reaccionar,
 55 llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-1) del Ejemplo 16, con la excepción de que se cargaron
 4,56 kg de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano en
 el tanque de agitación -204- equipado con una columna de destilación desde el tanque de almacenamiento -201- a
 través de la conducción -21-, utilizando 1,23 kg de ácido propiónico (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en
 lugar de ácido acético, y utilizando 2,54 kg de anhídrido propiónico en lugar de anhídrido acético. Cuando se analizó
 el componente de bajo punto de ebullición mediante cromatografía de gases, se encontró que el componente de
 60 bajo punto de ebullición contenía ácido propiónico, anhídrido propiónico y 3-metil-1-butanol. Se obtuvo un residuo en
 el tanque de agitación -204-. Cuando se tomó una muestra de este residuo y se analizó mediante ¹¹⁹Sn- y ¹H-NMR,
 se encontró que el residuo contenía 46,8% en peso de di-n-octil-di(propioniloxi) estaño y un 25,3% en peso de tri-n-
 octil-(propioniloxi) estaño.

Etapa (17-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

65 A continuación, se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6. Se obtuvo una
 mezcla en el tanque de agitación -208- que contenía un 98,5% en peso de di-n-octil-di(propioniloxi) estaño y
 aproximadamente un 0,4% en peso de tri-n-octil-propioniloxi estaño, llevando a cabo el mismo procedimiento que en

la etapa (16-2) del Ejemplo 16, con la excepción de que se ajustó la presión del evaporador de película delgada -205- aproximadamente a 0,13 kPa. Por otro lado, se recuperaron 0,31 kg de un componente en fase líquido en el tanque de almacenamiento -206-, y este componente de la fase líquida se transfirió al tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -20- y se recicló como materia prima de la etapa (17-1).

5

Etapa (17-3): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

Se recuperó etanol sin reaccionar mediante destilación desde la conducción -28-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-3) del Ejemplo 16, con la excepción de la utilización de 12,73 kg de etanol (deshidratado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en lugar de n-propanol, calentar el tanque de agitación -208- aproximadamente a 80°C y llevando a cabo la reacción durante aproximadamente 80 horas. Se obtuvieron aproximadamente 13,21 kg del componente destilado, y el componente destilado contenía un 83,7% en peso de etanol y un 13,9% en peso de propionato de etilo.

10

15

A continuación, un componente de bajo punto de ebullición que contiene 3-metil-1-butanol sin reaccionar y similares, se recuperó de la conducción -28- mediante la carga de 3,99 kg de 3-metil-1-butanol en el tanque de agitación -208- y llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-3) del Ejemplo 16. Se obtuvieron 3,26 kg del componente de bajo punto de ebullición, y el componente de bajo punto de ebullición contenía un 74,5% en peso de 3-metil-1-butanol y un 25,5% en peso de etanol.

20

Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -208- en el tanque de almacenamiento -209- a través de la conducción 29. Cuando se tomó una muestra del producto recuperado y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el producto recuperado contenía un 97,9% en peso de di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño.

25

[Ejemplo 18]

Etapa (18-1): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6. Una composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (15-2) del Ejemplo 15, se almacenó en el tanque de almacenamiento -201- en lugar de una composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenido utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (13-2) del Ejemplo 13. Se recuperaron aproximadamente 1,59 kg de un componente de bajo punto de ebullición de la conducción -24- mediante destilación de los componentes de bajo punto de ebullición, tales como anhídrido acético sin reaccionar, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-1) del Ejemplo 16, con la excepción de que se cargaron 3,95 kg de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano en el tanque de agitación -204- equipado con una columna de destilación, desde el tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -21-, utilizando 0,83 kg de ácido acético, y utilizando 1,68 kg de anhídrido acético. Cuando el componente de bajo punto de ebullición se analizó mediante cromatografía de gases, se encontró que el componente de bajo punto de ebullición contenía ácido acético, anhídrido acético y 2-etil-1-butanol. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -204-. Cuando se tomó una muestra de este residuo y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -NMR, se encontró que el residuo contenía un 44,8% en peso de diacetato de di-n-octilo y un 25,2% en peso de acetato de tri-n-octil estaño.

45

Etapa (18-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

A continuación, se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6. Se obtuvo una mezcla en el tanque de agitación -208- que contenía un 98,9% en peso de diacetato de di-n-octil estaño, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del Ejemplo 16. Por otro lado, se recuperaron 0,24 kg de un componente en fase líquido en el tanque de almacenamiento -206-, y este componente de la fase líquida se transfirió al tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -20- y se recicló como materia prima de la etapa (18-1).

50

Etapa (18-3): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

55

Se recuperó etanol sin reaccionar mediante destilación de la conducción -28-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-3) del Ejemplo 16, con la excepción de la utilización de 10,75 kg de etanol en lugar de n-propanol, el calentamiento del tanque de agitación -208- aproximadamente a 80°C y llevando a cabo la reacción durante aproximadamente 150 horas. Se obtuvieron 10,94 kg del componente destilado, y el componente destilado contenía un 85,2% en peso de etanol y un 12,2% en peso de acetato de etilo.

60

A continuación, un componente de bajo punto de ebullición que contiene 2-etil-1-butanol sin reaccionar y similares, se recuperó de la conducción -28- mediante la carga de 3,91 kg de 2-etil-1-butanol en lugar de 3-metil-1-butanol en el tanque de agitación -208- y llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-3) del Ejemplo 16. Se obtuvieron 3,29 kg del componente de bajo punto de ebullición, y el componente de bajo punto de ebullición contenía un 72,3% en peso de 2-etil-1-butanol y un 21,3% en peso de etanol.

65

Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -208- en el tanque de almacenamiento -209- a través de la conducción -29-. Cuando se tomó una muestra del producto recuperado y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -NMR, se encontró que el producto recuperado contenía un 97,4% en peso de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño.

5

[Ejemplo 19]

Etapa (19-1): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6. Una composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-dibutiloxi diestanoxano obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (3-2) del Ejemplo de Referencia 3, se almacenó en el tanque de almacenamiento -201- en lugar de una composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (13-2) del Ejemplo 13. Se recuperaron aproximadamente 6,29 kg de un componente de bajo punto de ebullición de la conducción -24- mediante destilación de los componentes de bajo punto de ebullición, tales como anhídrido hexanoico sin reaccionar, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-1) del Ejemplo 16, con la excepción de que se cargaron 5,41 kg de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-dibutiloxi diestanoxano en el tanque de agitación -204- equipado con una columna de destilación, desde el tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -21-, con 3,21 kg de ácido hexanoico en lugar de ácido acético, y utilizando 6,81 kg de anhídrido hexanoico en lugar de anhídrido acético. Cuando el componente de bajo punto de ebullición se analizó por cromatografía de gases, se encontró que el componente de bajo punto de ebullición contenía ácido hexanoico, anhídrido hexanoico y n-butanol. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -204-. Cuando este residuo se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el residuo contenía un 47,3% en peso de di-n-butil-dipropioniloxi estaño y un 20,7% en peso de tri-n-butil-propioniloxi estaño.

25

Etapa (19-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

A continuación, se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6. Se obtuvo una mezcla en el tanque de agitación -208- que contenía un 90,2% en peso de di-n-butil dipropioniloxi estaño llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del Ejemplo 16. Por otro lado, se recuperaron 0,46 kg de un componente de la fase líquida en el tanque de almacenamiento -206-, y este componente de la fase líquida se transfirió al tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -20- y se recicló como materia prima de la etapa (19-1).

35

Etapa (19-3): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

Se recuperó n-butanol sin reaccionar mediante destilación de la conducción -28-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-3) del Ejemplo 16, con la excepción de utilizar 32,57 kg de n-butanol en lugar de n-propanol, el calentamiento del tanque de agitación -208- a 120°C y llevando a cabo la reacción durante aproximadamente 80 horas. Se obtuvieron 33,97 kg del componente destilado, y el componente destilado contenía un 83,8% en peso de n-butanol y un 14,7% en peso de hexanoato de butilo.

40

Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -208- en el tanque de almacenamiento -209- a través de la conducción -29-. Cuando el producto recuperado se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el producto recuperado contenía un 76,1% en peso de di-n-butil-di(n-butiloxi) estaño y un 10,9% en peso de tri-n-butil-(n-butiloxi) estaño.

45

[Ejemplo 20]

50

Etapa (20-1): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6. Una composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-dibutiloxi diestanoxano obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (3-2) del Ejemplo de Referencia 3, se almacenó en el tanque de almacenamiento -201- en lugar de una composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenido utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (13-2) del Ejemplo 13. Se recuperaron aproximadamente 6,29 kg de un componente de bajo punto de ebullición de la conducción -24- mediante destilación de los componentes de bajo punto de ebullición, tales como el anhídrido hexanoico sin reaccionar, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-1) del Ejemplo 16 con la excepción de que se cargaron 5,41 kg de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-dibutiloxi diestanoxano en el tanque de agitación -204- equipado con una columna de destilación, desde el tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -21-, con 3,21 kg de ácido hexanoico en lugar de ácido acético, y utilizando 6,81 kg de anhídrido hexanoico en lugar de anhídrido acético. Cuando el componente de bajo punto de ebullición se analizó por cromatografía de gases, se encontró que el componente de bajo punto de ebullición contenía ácido hexanoico, anhídrido hexanoico y n-butanol. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -204-. Cuando este residuo se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -NMR,

65

se encontró que el residuo contenía un 47,3% en peso de di-n-butil-dipropioniloxi estaño y un 20,7% en peso de tri-n-butil-propioniloxi estaño.

Etapa (20-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

5 A continuación, se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6. Se obtuvo una mezcla en el tanque de agitación -208- que contenía un 90,2% en peso de di-n-butil dipropioniloxi estaño llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del Ejemplo 16. Por otro lado, se recuperaron 0,46 kg de un componente de la fase líquida en el tanque de almacenamiento -206-, y este componente de la fase líquida se transfirió al tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -20- y se recicló como materia prima de la etapa (20-1).

Etapa (20-3): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

15 Se recuperó n-butanol sin reaccionar mediante destilación de la conducción -28-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-3) del Ejemplo 16, con la excepción de que se utilizaron 32,57 kg de n-butanol en lugar de n-propanol, el calentamiento del tanque de agitación -208- a 120°C y llevando a cabo la reacción durante aproximadamente 80 horas. Se obtuvieron 33,97 kg del componente destilado, y el componente destilado contenía un 83,8% en peso de n-butanol y un 14,7% en peso de hexanoato de butilo.

20 Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -208- en el tanque de almacenamiento -209- a través de la conducción -29-. Cuando el producto recuperado se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el producto recuperado contenía un 76,1% en peso de di-n-butil-di(n-butiloxi) estaño y un 10,9% en peso de tri-n-butil-(n-butiloxi) estaño.

25 [Ejemplo 21]

Etapa (21-1): Preparación de éster de ácido carbónico utilizando el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño regenerado

30 En la etapa (15-2) del Ejemplo 15, se extrajo una composición de catalizador de alcóxido de alquil estaño a razón de 18 g/h de la conducción de extracción -16-, mientras se suministró una mezcla que contiene un 97,4% en peso de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (18-3) del Ejemplo 18, de la conducción de alimentación -17- a razón de 18 g/h. El di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño regenerado se suministró al reactor de tipo columna -102- a través de la conducción -4-. Se recuperó un 99% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) de la conducción -15- llevando a cabo la operación que utiliza el mismo procedimiento que en la etapa (15-2) del Ejemplo 15. La cantidad recuperada de carbonato de bis(2-etilbutilo) no cambió antes y después de la utilización del di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño regenerado.

40 [Ejemplo 22]

Etapa (22-1): Preparación de éster de ácido carbónico

45 Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al mostrado en la figura 7.

La mezcla que contenía un 97,1% en peso de di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (16-3) del Ejemplo 16, se suministró a un autoclave -401- a través de una conducción -41- a razón de 6944 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave desde una conducción -42- a razón de 1390 g/h, y la presión dentro del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura dentro del autoclave se ajustó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, y se llevó a cabo una reacción entre dióxido de carbono y di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño para obtener un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). Este líquido de reacción se transfirió a un tanque de descarbonización -402- a través de una conducción -43- y una válvula de control a razón de 7253 g/h para eliminar el dióxido de carbono residual, y el dióxido de carbono se recuperó de una conducción -44-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió a un evaporador de película delgada -403- ajustado aproximadamente a 142°C y aproximadamente a 0,5 kPa a través de una conducción -45- para obtener una fracción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). La fracción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) se suministró a una columna de destilación -406- relleno de Metal Gauze CY Packing y equipada con un generador de vapor ("reboiler") -408- y un condensador -407- a través de un condensador -405- y una conducción -47-, seguido de purificación por destilación. Se obtuvo un 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) de una conducción -49- a razón de 1351 g/h. Por otro lado, se recuperó un componente de la fase líquida separado en el evaporador de película delgada -403- en un tanque de almacenamiento -404- a través de una conducción -46- a razón de aproximadamente 58990 g/h. Cuando este componente de la fase líquida se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el componente de la fase líquida era una mezcla que contenía aproximadamente un 98% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano.

Etapa (22-2): Reacción de intercambio de sustituyentes

5 Se alimentaron 4,11 kg del componente de la fase líquida recuperado en el tanque de almacenamiento -404- en la etapa (22-1) a un tanque de agitación -405- equipado con una columna de destilación a través de una conducción -53-. El tanque de agitación -405- se calentó aproximadamente a 40°C y se añadieron 1,18 kg de ácido acético se añadió al tanque de agitación -405- a través de una conducción -55-. Después de agitar durante aproximadamente 1 hora, la presión dentro del tanque de agitación -405- se redujo aproximadamente a 0,13 kPa, el tanque de agitación -405- se calentó aproximadamente a 80°C y se destiló un componente de bajo punto de ebullición para recuperar 10 0,98 kg del componente de bajo punto de ebullición de la conducción -55-. A continuación, la presión dentro del tanque de agitación -405- se retornó a la presión atmosférica con nitrógeno, seguido de calentamiento aproximadamente a 100°C y la adición de 1,67 kg de anhídrido acético a través de la conducción -55-. Después de agitar durante aproximadamente 3 horas, la presión dentro del tanque de agitación -405- se redujo aproximadamente a 1 kPa, el tanque de agitación -405- se calentó aproximadamente a 120°C y se separó por 15 destilación un componente de bajo punto de ebullición, tal como anhídrido acético sin reaccionar, para recuperar aproximadamente 1,82 kg del componente de bajo punto de ebullición de la conducción -55-. Cuando el componente de bajo punto de ebullición se analizó por cromatografía de gases, se encontró que el componente de bajo punto de ebullición contenía ácido acético, anhídrido acético y 3-metil-1-butanol. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -405-. Cuando este residuo se muestreó y se analizó mediante ¹¹⁹Sn- y ¹H-NMR, se encontró que el residuo 20 contenía un 90,7% en peso de diacetato de di-n-octil estaño.

Etapa (22-3): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

25 Se añadieron 14,56 kg de n-propanol en el tanque de agitación -405- equipado con una columna de destilación de la conducción -55-. Después de calentar aproximadamente a 100°C con el tanque de agitación -405- sellado y de reaccionar durante aproximadamente 40 horas, se recuperó n-propanol sin reaccionar mediante destilación de la conducción -55-. Se obtuvieron aproximadamente 14,56 kg del componente destilado y el contenido de n-propanol fue del 86,9% en peso, mientras que el contenido de acetato de propilo fue del 11,2% en peso.

30 A continuación, se añadieron 3,55 kg de 3-metil-1-butanol al tanque de agitación -405- de la conducción -55-. Después de calentar el tanque de agitación -405- aproximadamente a 130°C y agitar durante aproximadamente 3 horas, la presión dentro del tanque de agitación -405- se redujo, y se recuperó un componente de bajo punto de ebullición que contiene 3-metil-1-butanol sin reaccionar y similares, de la conducción -55-. Se recuperaron 3,11 kg 35 del componente de bajo punto de ebullición, y el componente de bajo punto de ebullición contenía un 69,5% en peso de 3-metil-1-butanol y un 30,5% en peso de n-propanol.

Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -405- en un tanque de almacenamiento -406- a través de una conducción -56-. Cuando el producto recuperado se muestreó y se analizó mediante ¹¹⁹Sn- y ¹H-NMR, se encontró que el producto recuperado contenía un 96,0% en peso de di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño.

40 Etapa (22-4): Preparación de éster de ácido carbónico

Se obtuvo un 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) de una conducción -49- a razón de 1350 g/h, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (21-1), con la excepción de que se utilizó el producto recuperado 45 que contiene di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (22-3) en lugar de la mezcla que contiene un 97,1% en peso de di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (16-3) del Ejemplo 16.

[Ejemplo 23]

50 Etapa (23-1): Preparación de éster de ácido carbónico

Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al mostrado en la figura 7.

La mezcla que contenía un 97,4% en peso de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño obtenida en la etapa (18-3) del 55 Ejemplo 18 se suministró al autoclave -401- a través de la conducción -41- a razón de 7318 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave desde la conducción -42- a razón de 973 g/h, y la presión dentro del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura dentro del autoclave se ajustó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, y se llevó a cabo una reacción entre dióxido de carbono y di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño para obtener un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo). Este líquido de reacción se 60 transfirió al tanque de descarbonización -402- a través de la conducción -43- y una válvula de control a razón de 8188 g/h para eliminar el dióxido de carbono residual, y se recuperó el dióxido de carbono de la conducción -44-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió al evaporador de película delgada -403- ajustado aproximadamente a 150°C y aproximadamente a 0,5 kPa a través de la conducción -45- para obtener una fracción que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo). La fracción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo) se suministró a la 65 columna de destilación -406- rellena de Metal Gauze CY Packing y equipada con el generador de vapor ("reboiler") -408- y el condensador -407- a través del condensador -405- y la conducción -47-, seguido de purificación por

destilación. Se obtuvo un 99% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) de la conducción -49- a razón de 1351 g/h. Por otro lado, se recuperó un componente de la fase líquida separado en el evaporador de película delgada -403- en el tanque de almacenamiento -404- a través de la conducción -46- a razón de aproximadamente 6074 g/h. Cuando este componente de la fase líquida se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el componente de la fase líquida era una mezcla que contiene aproximadamente un 98% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano.

Etapa (23-2): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se recuperaron aproximadamente 0,86 kg de un componente de bajo punto de ebullición de la conducción -55-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (22-2) del Ejemplo 22, con la excepción de que se alimentaron 2,04 kg del componente de la fase líquida recuperado en el tanque de almacenamiento -404- en la etapa (23-1) en lugar del componente de la fase líquida recuperado en el tanque de almacenamiento -404- en la etapa (21-1), utilizando 0,55 kg de ácido acético y utilizando 0,78 kg de anhídrido acético. Cuando el componente de bajo punto de ebullición se analizó por cromatografía de gases, se encontró que el componente de bajo punto de ebullición contenía ácido acético, anhídrido acético y 2-etil-1-butanol. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -405-. Cuando este residuo se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el residuo contenía un 88,1% en peso de diacetato de di-n-octil estaño.

Etapa (23-3): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

Se recuperaron 5,38 kg de un componente destilado de la conducción -55-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (22-3) del Ejemplo 22, con la excepción de que se utilizaron 5,28 kg de etanol en lugar de n-propanol. El componente destilado contenía un 85,3% en peso de etanol y un 12,3% en peso de acetato de etilo.

A continuación, se obtuvieron 1,52 kg de un componente de bajo punto de ebullición llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (22-3) del Ejemplo 22, con la excepción de que se utilizaron 1,92 kg de 2-etil-1-butanol en lugar de 3-metil-1-butanol. Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -405- en el tanque de almacenamiento -406- a través de la conducción -56-. Cuando el producto recuperado se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -NMR, se encontró que el producto recuperado contenía un 96,5% en peso de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño.

Etapa (23-4): Preparación de éster de ácido carbónico

Se obtuvo un 99% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) de una conducción -49- a razón de 1350 g/h, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (22-1), con la excepción de que se utilizó el producto recuperado que contiene di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (23-3) en lugar de la mezcla que contiene un 97,4% en peso de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (16 -3) del Ejemplo 16.

[Ejemplo 24]

Etapa (24-1): Preparación de éster de ácido carbónico

Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al mostrado en la figura 7.

La mezcla que contenía un 76,1% en peso de di-n-butil-di(n-butiloxi) estaño obtenida en la etapa (19-3) del Ejemplo 19 se suministró al autoclave -401- a través de la conducción -41- a razón de 6666 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave desde la conducción -42- a razón de 970 g/h, y la presión en el interior del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura en el interior del autoclave se ajustó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y el di-n-butil-di(n-butiloxi) estaño para obtener un líquido de reacción que contiene carbonato de di(n-butilo). Este líquido de reacción se transfirió al tanque de descarbonización -402- a través de la conducción -43- y una válvula de control a razón de 7722 g/h para eliminar el dióxido de carbono residual, y se recuperó el dióxido de carbono de la conducción -44-. Posteriormente, se transfirió el líquido de reacción al evaporador de película delgada -403- ajustado aproximadamente a 150°C y aproximadamente a 0,5 kPa a través de la conducción -45-, para obtener una fracción que contiene carbonato de di(n-butilo). La fracción que contiene carbonato de di(n-butilo) se suministró a la columna de destilación -406- relleno Metal Gauze CY Packing y equipada con el generador de vapor ("reboiler") -408- y el condensador -407- a través del condensador -405- y la conducción -47-, seguido de purificación por destilación. Se obtuvo un 99% en peso de carbonato de di(n-butilo) de la conducción -49- a razón de 1165 g/h. Por otro lado, se recuperó un componente de la fase líquida separada en el evaporador de película delgada -403- en el tanque de almacenamiento -404- a través de la conducción -46-. Cuando este componente de la fase líquida se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el componente de fase líquida era una mezcla que contenía aproximadamente un 77% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(n-butiloxi) diestanoxano.

Etapa (24-2): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se recuperaron aproximadamente 4,74 kg de un componente de bajo punto de ebullición de la conducción -55-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (22-2) del Ejemplo 22, con la excepción de que se alimentaron 4,06 kg del componente de la fase líquida recuperado en el tanque de almacenamiento -404- en la etapa (24-1) en lugar del componente de la fase líquida recuperado en el tanque de almacenamiento -404- en la etapa (21-1), utilizando 2,55 kg de ácido hexanoico en lugar de ácido acético y utilizando 4,99 kg de anhídrido hexanoico en lugar de anhídrido acético. Cuando el componente de bajo punto de ebullición se analizó por cromatografía de gases, se encontró que el componente de bajo punto de ebullición contenía ácido hexanoico, anhídrido hexanoico y n-butanol. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -405-. Cuando este residuo se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el residuo contenía un 56,4% en peso de di-n-butil-dipropioniloxi estaño.

Etapa (24-3): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

Se recuperaron 25,51 kg de un componente destilado de la conducción -55-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (22-3) del Ejemplo 22, con la excepción de que se utilizaron 24,59 kg de n-butanol en lugar de n-propanol. El componente destilado contenía un 83,7% en peso de n-butanol y un 14,8% en peso de hexanoato de butilo. Por otro lado, se recuperó un residuo obtenido en el tanque de almacenamiento -405- en el tanque de almacenamiento -406- a través de la conducción -56-. Cuando el producto recuperado se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -NMR, se encontró que el producto recuperado contenía un 77,2% en peso de di-n-butil-di(n-butiloxi) estaño.

Etapa (24-4): Preparación de éster de ácido carbónico

Se obtuvo un 99% en peso de carbonato de di(n-butilo) de una conducción -49- a razón de 1165 g/h, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (24-1). con la excepción de que se utilizó el producto recuperado que contiene di-n-butil-di(n-butiloxi) estaño obtenido en la etapa (24-3) en lugar de la mezcla que contiene di-n-butil-di(n-butiloxi) estaño obtenida en la etapa (16-3) del Ejemplo 16.

[Ejemplo 25]

Etapa (25-1): Preparación de catalizador de dialquil estaño

Se obtuvo una solución que contenía 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (15-1) del Ejemplo 15, con la excepción de que se utilizaron 2803 g de 2-etil-1-butanol y 890 g de di-n-octil-óxido de estaño. Se obtuvo 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano con un rendimiento del 99% basado en óxido de di-n-octil estaño. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 13400 g de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano.

Etapa (25-2): Preparación de éster de ácido carbónico

Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al mostrado en la figura 8. Se suministró 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano preparado en la forma descrita anteriormente a razón de 6074 g/h de una conducción -60- en un reactor de tipo columna -604- relleno con Metal Gauze CY Packing y que tiene un diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm, y se suministró 2-etil-1-butanol purificado con una columna de destilación -601- a razón de 12260 g/h desde una conducción -62-. La temperatura del líquido en el interior del reactor -604- se ajustó a 160°C mediante un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -605- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G con una válvula de control de presión. Se bombearon 2-etil-1-butanol que contenía agua a razón de 12344 g/h desde la parte superior del reactor a través de una conducción -64-, y 2-etil-1-butanol a razón de 958 g/hora a través de una conducción -61-, a la columna de destilación -601- rellena de Metal Gauze CY Packing y provista de un generador de vapor ("reboiler") -603- y un condensador -602- para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna de destilación -601-, se condensó una fracción que contiene una alta concentración de agua mediante un condensador -602- y se recuperó de una conducción -63-. Se bombeó 2-etil-1-butanol purificada a un reactor de tipo columna -604- a través de la conducción -62- situada en la parte inferior de la columna de destilación -601-. Una composición de catalizador de alcóxido de alquil estaño que contiene di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano se obtuvo de la parte inferior del reactor de tipo columna -604-, y se suministró a un evaporador de película delgada -606- a través de una conducción -65-. El 2-etil-1-butanol se separó por destilación en el evaporador de película delgada -606-. La composición de catalizador de alcóxido de alquil estaño se bombeó desde la parte inferior del evaporador de película delgada -606- a través de una conducción -66- y se suministró a un autoclave -608-, mientras se ajustó el flujo de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano aproximadamente a 6945 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave por una conducción -69- a razón de 973 g/h, y la presión en el interior del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura en el interior del autoclave se ajustó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición de catalizador de alcóxido de alquil estaño

para obtener un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo). Este líquido de reacción se transfirió a un tanque de descarbonización -609- a través de una conducción -70- y una válvula de control para eliminar el dióxido de carbono residual, y se recuperó el dióxido de carbono de una conducción -71-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió a un evaporador de película delgada -610- ajustado aproximadamente a 142°C y aproximadamente a 0,5 kPa a través de una conducción -72- y se suministró mientras se ajustó el flujo de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano aproximadamente a 6074 g/h para obtener una fracción que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo). Por otra parte, se recuperó el residuo de evaporación en un tanque de almacenamiento -615- a través de una conducción -73-. El componente recuperado fue 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano. La fracción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo) se suministró a una columna de destilación -614- rellena de Metal Gauze CY Packing y equipada con un generador de vapor ("reboiler") -613- y un condensador -612- a través de un condensador -611- y una conducción -74- a razón de 959 g/h seguido por purificación por destilación, para obtener un 99% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) de una conducción -75- a razón de 1075 g/h.

15 Etapa (25-3): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se alimentaron 3,16 kg del residuo de evaporación recuperado en el tanque de almacenamiento -615- en la etapa (25-2) a un tanque de agitación -616- equipado con una columna de destilación a través de una conducción -76-. El tanque de agitación -616- se calentó aproximadamente a 40°C y se añadieron 1,03 kg de ácido acético al tanque de agitación -616- a través de una conducción -77-. Después de agitar durante aproximadamente 1 hora, la presión en el interior del tanque de agitación -616- se redujo aproximadamente a 0,13 kPa, el tanque de agitación -616- se calentó aproximadamente a 80°C y se destiló un componente de bajo punto de ebullición para recuperar 0,85 kg del componente de bajo punto de ebullición a partir de una conducción -79-. Cuando se realizó el análisis por cromatografía de gases en el componente de bajo punto de ebullición, se encontró que el componente contenía 2-metil-1-butanol. A continuación, la presión en el interior del tanque de agitación -616- se retornó a la presión atmosférica con nitrógeno seguido de calentamiento aproximadamente a 100°C y la adición de 1,46 kg de anhídrido acético a través de la conducción -77-. Después de agitar durante aproximadamente 3 horas, la presión dentro del tanque de agitación -616- se redujo aproximadamente a 1 kPa, el tanque de agitación -616- se calentó aproximadamente a 120°C y se separó por destilación un componente de bajo punto de ebullición, tal como anhídrido acético sin reaccionar, para recuperar aproximadamente 1,59 kg del componente de bajo punto de ebullición a partir de la conducción -79-. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -616-. Cuando se tomó una muestra de este residuo y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el residuo se encontró contenía un 90,5% en peso de diacetato de di-n-octil estaño.

35 Etapa (25-4): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

Se cargaron 13,73 kg de n-propanol en el tanque de agitación -616- equipado con una columna de destilación, de la conducción -77-. Después de calentar aproximadamente a 100°C con el tanque de agitación -616- sellado y reaccionar durante aproximadamente 40 horas, se recuperó por destilación n-propanol sin reaccionar a partir de la conducción -79-. Se obtuvieron 13,73 kg del componente destilado y el contenido de n-propanol fue de un 87,8% en peso, mientras que el contenido de acetato de propilo fue de un 10,4% en peso.

A continuación, se cargaron 3,11 kg de 2-etil-1-butanol en el tanque de agitación -616- de la conducción -77-. Después de calentar el tanque de agitación -616- aproximadamente a 130°C y agitar durante aproximadamente 3 horas, la presión en el interior del tanque de agitación -616- se redujo, y se recuperó un componente de bajo punto de ebullición que contiene 2-etil-1-butanol sin reaccionar y similares, de la conducción -79-. Se recuperaron 2,80 kg del componente de bajo punto de ebullición, y el componente de bajo punto de ebullición contenía un 70,1% en peso de 2-etil-1-butanol y un 28,9% en peso de n-propanol.

Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -616- en un tanque de almacenamiento -617- a través de una conducción -78-. Cuando el producto recuperado se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el producto recuperado contenía un 97,0% en peso de di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño.

55 Etapa (25-5): Preparación de éster de ácido carbónico

Se obtuvo un 99% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) de la conducción -75- a razón de 1075 g/h, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la (24-1), con la excepción de que se utilizó el producto recuperado que contiene di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (25-4) en lugar de la mezcla que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano obtenida en la etapa (25-1).

60 [Ejemplo 26]

Etapa (26-1): Preparación de catalizador de dialquil estaño

65 Se obtuvieron 1120 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (13-1) del Ejemplo 13, con la excepción de que se utilizaron 963 g de óxido de di-n-octil estaño y 2120 g de 3-metil-1-butanol.

Se confirmó que se había obtenido 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano con un rendimiento del 99% basado en óxido de di-n-octil estaño, basado en los resultados del análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, ^{13}C -RMN. El mismo procedimiento se repitió a continuación 12 veces para obtener un total de 13990 g.

5 Etapa (26-2): Preparación de éster de ácido carbónico

Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al mostrado en la figura 8.

10 Se obtuvo un 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) de la conducción -75- a razón de 940 g/h, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (24-2) del Ejemplo 24, con la excepción de que se utilizó el 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenido en la etapa (26-1) en lugar de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano de la conducción -60-, y se utilizó 3-metil-1-butanol en lugar de 2-etil-1-butanol. Por otra parte, el residuo de evaporación en el evaporador de película delgada -610- se almacenó en el tanque de almacenamiento -615- a través de la conducción -73-. El residuo de evaporación era 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano.

15 Etapa (26-3): Reacción de intercambio de sustituyentes

20 Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -616- llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (24-3) del Ejemplo 24, con la excepción de que se alimentaron 2,86 kg de residuo de evaporación recuperado en el depósito de almacenamiento -615- en la etapa (26-2), en el tanque de agitación -616- equipado con una columna de destilación a través de la conducción -76-, con 1,00 kg de ácido propiónico en lugar de ácido acético, y utilizando 1,47 kg de anhídrido propiónico en lugar de anhídrido acético. Cuando se tomó una muestra del residuo y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el residuo contenía un 90,2% en peso de di-n-octil-dipropioniloxi estaño.

25 Etapa (26-4): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

30 Un componente destilado se recuperó por destilación de la conducción -79-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (24-4) del Ejemplo 24, con la excepción de que se utilizaron 7,78 kg de etanol en lugar de n-propanol. Se obtuvieron 8,07 kg del componente destilado, y el componente destilado contenía un 83,0% en peso de etanol y un 14,0% en peso de propionato de etilo.

35 A continuación, se recuperó un componente de bajo punto de ebullición que contiene 3-metil-butanol sin reaccionar y similares, de la conducción -79- mediante la utilización de 2,44 kg de 3-metil-1-butanol en lugar de 2-etil-1-butanol. Se recuperaron 2,05 kg del componente de bajo punto de ebullición, y el componente de bajo punto de ebullición contenía un 72,2% en peso de 3-metil-1-butanol y un 24,9% en peso de etanol.

40 Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -616- en el tanque de almacenamiento -617- a través de la conducción -78-. Cuando este producto recuperado se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el producto recuperado contenía un 95,0% en peso de di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño.

Etapa (26-5): Preparación de éster de ácido carbónico

45 Se obtuvo un 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) de la conducción -75- a razón de 940 g/h, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (26-1), con la excepción de que se utilizó el producto recuperado que contiene di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (26-4) en lugar de la mezcla que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano obtenido en la etapa (26-1).

50 [Ejemplo 27]

Etapa (27-1): Recuperación de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano

55 Después de llevar a cabo la operación continua de la etapa (A-2) del Ejemplo de Referencia 1 durante aproximadamente 230 horas, se extrajo la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano de la conducción de extracción -16- a razón de 18 g/h, mientras se suministró 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano preparado en la etapa (A-1) del Ejemplo de Referencia 1, de la conducción de alimentación -17- a razón de 18 g/h. Cuando se analizaron por ^{119}Sn -RMN, además de que contenía aproximadamente un 50% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano, se observaron tri-n-butil(3-metilbutiloxi) estaño junto con una pluralidad de desplazamientos de RMN de componentes desactivados de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano a -240 a -605 ppm.

60 Etapa (27-2): Reacción de intercambio de sustituyentes

65 Se lleva a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6.

Se almacenó una composición de alquil estaño que contenía 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (27-1) en el tanque de almacenamiento -201-, en lugar de la composición de alquil estaño que contenía 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenida por el mismo procedimiento que en la etapa (13-2) del Ejemplo 13. Se recuperaron aproximadamente 3,08 kg de un componente de bajo punto de ebullición de la conducción -24-, destilando los componentes de bajo punto de ebullición, tales como anhídrido acético sin reaccionar, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-1) del Ejemplo 16, con la excepción de que se cargaron 5,96 kg de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano en el tanque de agitación -204- equipado con una columna de destilación, desde el tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -21-, utilizando 1,66 kg de ácido acético, y utilizando 3,24 kg de anhídrido acético. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -204-. Cuando este residuo se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el residuo contenía un 46,1% en peso de acetato de di-n-butil estaño y un 23,0% en peso de acetato de tri-n-butil estaño.

15 Etapa (27-3): Reacción de redistribución de grupos alquilo

A continuación, se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6.

Se obtuvo una mezcla en el tanque de agitación -208- que contenía 87,7% en peso de acetato de di-n-butil estaño, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del Ejemplo 16. Por otro lado, se recuperaron 0,44 kg de un componente de la fase líquida en el tanque de almacenamiento -206-, y este componente de la fase líquida se transfirió al tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -20- y se recicló como materia prima de la etapa (27-2).

25 Etapa (27-4): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

Se recuperó carbonato de bis(3-metilbutilo) sin reaccionar por destilación de la conducción -28-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-3) del Ejemplo 16, con la excepción de que se utilizaron 11,89 kg de carbonato de bis(3-metilbutilo) en lugar de n-propanol, calentando el tanque de agitación -208- aproximadamente a 80°C y llevando a cabo la reacción durante aproximadamente 150 horas. Se obtuvieron aproximadamente 13,17 kg del componente destilado, y el componente destilado contenía un 67,4% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) y un 42,3% en peso de acetato de isoamilo.

Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -208- en el tanque de almacenamiento -209- a través de la conducción -29-. Cuando el producto recuperado se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -NMR, se encontró que el producto recuperado contenía un 98,4% en peso de di-n-butil-bis(3-metilbutiloxi) estaño.

[Ejemplo 28]

40 Etapa (28-1): Recuperación de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano

Después de llevar a cabo la operación continua de la etapa (B-2) del Ejemplo de Referencia 2 durante aproximadamente 210 horas, se extrajo la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano de la conducción de extracción -16- a razón de 18 g/h, mientras se suministró 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano preparado en la etapa (B-1) del Ejemplo de Referencia 1 desde la conducción de alimentación -17- a razón de 18 g/h. Cuando se analizó mediante ^{119}Sn -RMN, además de que contenía aproximadamente un 50% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano, se observó tri-n-butil (2-etilbutiloxi) estaño junto con una pluralidad de desplazamientos de RMN de componentes desactivados de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano a -240 a - 605 ppm.

50 Etapa (28-2): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6.

Se almacenó una composición de alquil estaño que contenía 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestanoxano obtenido utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (28-1) en el tanque de almacenamiento -201- en lugar de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenido mediante el mismo procedimiento que en la etapa (13-2) del Ejemplo 13. Se recuperaron aproximadamente 2,75 kg de un componente de bajo punto de ebullición de la conducción -24- mediante destilación de los componentes de bajo punto de ebullición, tal como anhídrido acético sin reaccionar, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-1) del Ejemplo 16, con la excepción de que se cargaron 4,42 kg de una composición de formas desactivadas en el tanque de agitación -204-, equipado con una columna de destilación, desde el tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -21-, utilizando 1,43 kg de ácido propiónico en lugar de ácido acético, y utilizando 2,94 kg de anhídrido propiónico en lugar de anhídrido acético. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -204-. Cuando este residuo se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró

que el residuo contenía un 45,3% en peso de di-n-butil-dipropioniloxi estaño y un 21,8% en peso de tri-n-butil-propioniloxi estaño.

5 Etapa (28-3): Reacción de redistribución de grupos alquilo

A continuación, se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6.

10 Se obtuvo una mezcla en el tanque de agitación -208- que contenía un 88,4% en peso de di-n-butil-dipropioniloxi estaño llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del Ejemplo 16. Por otro lado, se recuperaron 0,32 kg de un componente de la fase líquida en el tanque de almacenamiento -206-, y este componente de la fase líquida se transfirió al tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -20- y se recicló como materia prima de la etapa (28-2).

15 Etapa (28-4): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

20 Se recuperó carbonato de bis(2-etilbutilo) sin reaccionar mediante destilación de la conducción -28-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-3) del Ejemplo 16, con la excepción de que se utilizaron 23,30 kg de carbonato de bis(2-etilbutilo) en lugar de n-propanol, calentando el tanque de agitación -208- aproximadamente a 80°C y llevando a cabo la reacción durante aproximadamente 150 horas. Se obtuvieron aproximadamente 18,29 kg del componente destilado, y el componente destilado contenía un 79,2% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) y un 16,3% en peso de propionato de (2-etilbutilo).

25 Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -208- en el tanque de almacenamiento -209- a través de la conducción -29-. Cuando el producto recuperado se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el producto recuperado contenía un 98,4% en peso de di-n-butil-bis(2-etilbutilo) estaño.

[Ejemplo 29]

30 Etapa (29-1): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6.

35 Se almacenó una composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutilo) diestanoxano obtenido utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (15-2) del Ejemplo 15 en el tanque de almacenamiento -201- en lugar de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutilo) diestanoxano obtenido por el mismo procedimiento que en la etapa (13-2) del Ejemplo 13. Se recuperaron aproximadamente 2,09 kg de un componente de bajo punto de ebullición de la conducción -24- mediante destilación de los componentes de bajo punto de ebullición, tal como anhídrido acético sin reaccionar, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (18-1) del Ejemplo 18, con la excepción de que se cargaron 3,95 kg de una composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutilo) diestanoxano en el tanque de agitación -204-, equipado con una columna de destilación, desde el tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -21-, utilizando 0,99 kg de ácido acético, y utilizando 2,19 kg de anhídrido acético. Se obtuvo un residuo en el tanque de agitación -204-. Cuando este residuo se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el residuo contenía un 49,1% en peso de diacetato de di-n-octilo y un 25,5% en peso de acetato de tri-n-octil estaño.

45 Etapa (29-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

50 A continuación, se llevó a cabo una reacción utilizando un aparato similar al mostrado en la figura 6.

55 Se obtuvo una mezcla en el tanque de agitación -208- que contenía un 89,8% en peso de diacetato de di-n-octilo, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del Ejemplo 16. Por otro lado, se recuperaron 0,30 kg de un componente de la fase líquida en el tanque de almacenamiento -206-, y este componente de la fase líquida se transfirió al tanque de almacenamiento -201- a través de la conducción -20- y se recicló como la materia prima de la etapa (29-1).

Etapa (29-3): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

60 Se recuperó etanol sin reaccionar mediante destilación de la conducción -28-, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (16-3) del Ejemplo 16, con la excepción de que se utilizaron 14,85 kg de etanol en lugar de n-propanol, calentando el tanque de agitación -208- aproximadamente a 80°C y llevando a cabo la reacción durante aproximadamente 150 horas. Se obtuvieron aproximadamente 15,08 kg del componente destilado, y el componente destilado contenía un 87,4% en peso de etanol y un 10,4% en peso de acetato de etilo.

Se recuperó un residuo obtenido en el tanque de agitación -208- en el tanque de almacenamiento -209- a través de la conducción -29-. Cuando el producto recuperado se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el producto recuperado contenía un 91,1% en peso de di-n-octil-dietoxi estaño.

5 Etapa (29-4): Preparación de éster de ácido carbónico

Se preparó éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua similar al mostrado en la figura 7.

10 La mezcla que contenía un 91,1% en peso de di-n-octil-dietoxi estaño obtenida en la etapa (29-3) se alimentó al autoclave -401- a través de la conducción -41- a razón de 5073 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave desde la conducción -42- a razón de 973 g/h, y la presión en el interior del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura en el interior del autoclave se ajustó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, y se llevó a cabo una reacción entre dióxido de carbono y di-n-octil-dietoxi estaño para obtener un líquido de reacción que contiene carbonato de dietilo. Este líquido de reacción se transfirió al tanque de descarbonización -402- a través de la conducción -43- y una válvula de control a razón de 6129 g/h para eliminar el dióxido de carbono residual, y el dióxido de carbono se recuperó de la conducción -44-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió al evaporador de película delgada -403- ajustado aproximadamente a 150°C y aproximadamente a 0,5 kPa a través de la conducción -45- para obtener una fracción que contiene carbonato de dietilo. La fracción que contiene carbonato de dietilo se suministró a la columna de destilación -406- rellena de Metal Gauze CY Packing y equipado con el generador de vapor ("reboiler") -408- y el condensador -407- a través del condensador -405- y la conducción -47-, seguido de purificación por destilación. Se obtuvo un 99% en peso de carbonato de dietilo de la conducción -49- a razón de 1165 g/h. Por otro lado, se recuperó un componente de la fase líquida separado en el evaporador de película delgada -403- en el tanque de almacenamiento -404- a través de la conducción -46-. Cuando este componente de la fase líquida se muestreó y se analizó mediante ^{119}Sn - y ^1H -RMN, se encontró que el componente de la fase líquida era una mezcla que contenía aproximadamente un 98% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-dietoxi diestanoxano.

[Ejemplo Comparativo 1]

30 Etapa (I-1): Reacción de intercambio de sustituyentes

Se colocaron 390 g de la composición de alquil estaño que contiene 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano obtenido en la etapa (13-2) del Ejemplo 13, en un matraz en forma de berenjena de 1 L en una atmósfera de nitrógeno, seguido de la adición de 106 g de ácido acético y 361 g de anhídrido acético y se agitó durante 1 hora a 25°C. Un cabezal de fraccionamiento equipado con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro se unieron al matraz, y después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno al vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separó el exceso de ácido acético, anhídrido acético y similares por destilación, para obtener 410 g de un residuo en el matraz. Cuando el residuo se midió mediante ^1H - y ^{119}Sn -RMN, se encontró que el residuo era una mezcla de tri-n-octil acetoxi estaño, di-n-octil diacetoxi estaño y compuestos orgánicos de estaño que contienen átomos de estaño, que demuestran una pluralidad de desplazamientos químicos de -240 a -605 ppm en ^{119}Sn -RMN. Esta mezcla contenía un 27,9% en peso de tri-n-octil acetoxi estaño y un 49,9% en peso de di-n-octil diacetoxi estaño.

45 Etapa (I-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se colocaron 408 g de la mezcla obtenida en la etapa (I-2) en un recipiente de presión metálico de 500 ml en una atmósfera de nitrógeno. El recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 3 horas. Después de permitir que el recipiente de presión metálico se enfriara aproximadamente hasta la temperatura ambiente, se recuperó el líquido de reacción. Cuando se llevó a cabo la medición mediante ^1H - y ^{119}Sn -RMN en el líquido de reacción, se determinó que el líquido de reacción era una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que contienen di-n-octil diacetoxi estaño y tri-n-octil acetoxi estaño, y contenía un 91,5% en peso de di-n-octil-diacetoxi estaño y aproximadamente un 5% en peso de tri-n-octil triacetoxi estaño.

55 Etapa (I-3): Alcoxilación del compuesto de dialquil estaño

Se colocaron 405 g de la mezcla obtenida en la etapa (I-2) en un matraz aforado en forma de berenjena de 1L seguido por la inmersión del matraz en un baño de aceite calentado a 50°C. Se formó un precipitado blanco cuando se añadieron 500 ml de solución acuosa de hidróxido de potasio a 0,1 mol/L (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), mientras se agitaba el contenido del mismo. La mezcla se filtró con papel de filtro, y el residuo de filtración se secó a 80°C para recuperar 302 g de un precipitado blanco. Este precipitado blanco era óxido de dioctil estaño.

Se colocaron 300 g de un precipitado blanco y 1836 g de 3-metil-1-butanol en un matraz aforado de 3 L en forma de berenjena. El matraz se unió a un evaporador rotatorio al que estaba conectado un baño de aceite, equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador rotatorio se conectó a una conducción que contenía nitrógeno gaseoso a presión atmosférica. Después

de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se ajustó a 146°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador rotatorio. Después de destilar un componente de bajo punto de ebullición durante aproximadamente 7 horas en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador giratorio abierto, la presión dentro del sistema se redujo gradualmente, y el componente de bajo punto de ebullición restante se separó por destilación a una presión interna de 76 a 30 kPa. Una vez que la destilación del componente de bajo punto de ebullición se dejó de observar, el matraz se sacó del baño de aceite y se dejó enfriar. Se obtuvieron 366 g de un residuo líquido en el matraz. Basado en los resultados de los análisis de ^1H -, ^{13}C - y ^{119}Sn -RMN, se encontró que el contenido de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano en el líquido residual en el matraz era de un 96,4% en peso.

Aunque se obtuvo 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano haciendo reaccionar di-n-octil-diacetoxi estaño y solución acuosa alcalina (solución acuosa de hidróxido de potasio) en lugar de hacer reaccionar directamente el di-n-octil-diacetoxi estaño obtenido en la etapa (I-2) con 3-metil-1-butanol en la etapa (I-3) para obtener óxido de dioctil estaño, seguido por hacer reaccionar el óxido de dioctil estaño con 3-metil-1-butanol, dado que el óxido de dioctil estaño era un sólido, requiriendo así el procedimiento de recuperación del sólido por filtración, el procedimiento es excesivamente complejo en términos de aplicación industrial.

[Ejemplo Comparativo 2]

20 Etapa (II-1): Reacción del tetrakis(dimetilamino) estaño y éster de ácido carbónico

Se colocaron 290 g de tetrakis(dimetilamino) estaño (Gelest Corp., EE.UU.) y 1010 g de carbonato de bis(3-metilbutilo) preparado en la etapa (A-2) del Ejemplo de Referencia 1 en un matraz aforado en forma de berenjena de 2 L en una atmósfera de nitrógeno a presión atmosférica, y se unieron al matraz un condensador Dimroth y una válvula de tres vías. El matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 150°C y se calentó durante 5 horas mientras se agitaba el contenido del mismo. El matraz se unió a un evaporador rotatorio al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador rotatorio se conectó a una conducción que contiene nitrógeno gaseoso a presión atmosférica. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se ajustó a 150°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador rotatorio. Se separó por destilación un componente de bajo punto de ebullición durante aproximadamente 7 horas en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador rotatorio abierta, después de lo cual la presión en el sistema se redujo gradualmente, y componente de bajo punto de ebullición residual se separó por destilación con la presión en el interior del sistema de 76 a 10 kPa. Cuando la fracción del componente de bajo punto de ebullición se dejó de observar, se retiró el matraz del baño de aceite y se dejó enfriar. Se obtuvieron 292 g de líquido residual en el matraz. Basado en los resultados de los análisis de ^1H -, ^{13}C - y ^{119}Sn -RMN, se encontró que el líquido residual en el matraz era una solución que contenía un 98,0% en peso de tetrakis(dimetilamino) estaño, y no se obtuvo alcóxido de estaño.

40 [Ejemplo Comparativo 3]

Etapa (III-1): Reacción de tetrakis(dimetilamino) estaño y alcohol

Se colocaron 285 g de tetrakis(dimetilamino) estaño y 1320 g de 3-metil-1-butanol en un matraz aforado en forma de berenjena de 2 L en una atmósfera de nitrógeno a presión atmosférica, y se unieron al matraz un condensador Dimroth y una válvula de tres vías. El matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 135°C y se calentó durante 5 horas mientras se agitaba el contenido del mismo. El matraz se unió a un evaporador rotatorio al que estaba conectado un baño de aceite, equipado con un controlador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador rotatorio se conectó a una conducción que contenía nitrógeno gaseoso a presión atmosférica. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se ajustó a 150°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador rotatorio. Se separó por destilación un componente de bajo punto de ebullición durante aproximadamente 7 horas en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador rotatorio abierta, después de lo cual la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se separó por destilación un componente de bajo punto de ebullición con la presión en el interior del sistema de 76 a 10 kPa. Cuando el componente de bajo punto de ebullición se dejó de observar, el matraz se retiró del baño de aceite y se dejó enfriar. Se obtuvieron 288 g de líquido residual en el matraz. Basado en los resultados de los análisis de ^1H -, ^{13}C - y ^{119}Sn -RMN, el líquido residual en el matraz era una solución que contenía un 98% en peso de tetrakis(dimetilamino) estaño, y no se obtuvo alcóxido de estaño.

60 Aplicabilidad industrial

El procedimiento de preparación de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano de la presente invención (Etapa (Z)) permite la preparación de un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto tetraalquil dialcoxi diestanoxano sin que implique la manipulación de compuestos de estaño sólidos, haciendo reaccionar un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano

con un ácido y/o anhídrido de ácido, haciendo de esta manera un procedimiento de preparación más conveniente que los procedimientos convencionales.

5 Además, tal como se describió anteriormente, la etapa (Z) se puede utilizar como una parte de un nuevo procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico mediante la combinación de varias etapas con la etapa (Z). Dado que estos nuevos procedimientos de preparación de ésteres de ácido carbónico incluyen una etapa de regeneración de un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y alcóxido de dialquil estaño, que se forman en estos procedimientos de preparación de ésteres de ácido carbónico y que han perdido actividad catalítica durante el curso de la síntesis de éster de ácido carbónico, se pueden solucionar los problemas de costes y desechos en el
10 procedimiento de preparación de éster de ácido carbónico. Por lo tanto, la presente invención es de extrema importancia industrialmente.

Descripción de los números de referencia

- 15 (en la figura 5)
101, 107: columna de destilación
102: reactor de tipo columna
103, 106: evaporador de película delgada
104: autoclave
- 20 105: tanque de descarbonización
121, 123, 126, 127: condensador
111, 112, 117: generador de vapor ("reboiler")
1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17: conducción
- 25 (en la figura 6)
201, 202, 203, 206, 209, 210, 211: tanque de almacenamiento
204, 208: tanque de agitación equipado con una columna de destilación
205: evaporador de película delgada
207: condensador
- 30 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31: conducción
- (en la figura 7)
- 35 401: autoclave
402: tanque de descarbonización
403: evaporador de película delgada
404, 409: tanque de almacenamiento
406: columna de destilación
405, 407: condensador
408: generador de vapor ("reboiler")
- 40 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56: conducción
- (en la figura 8)
- 45 601, 614: columna de destilación
604: reactor de tipo columna
606, 610: evaporador de película delgada
608: autoclave
609: tanque de descarbonización
615, 617: tanque de almacenamiento
616: tanque de agitación equipado con una columna de destilación
- 50 602, 605, 611, 612: condensador
603, 605, 613: generador de vapor ("reboiler")
61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74, 75, 76, 77, 78, 79: conducción

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de un compuesto representado por XOR^2 y un compuesto que contiene estaño seleccionado entre:

un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces $Sn-R^1$ y dos enlaces $Sn-OR^2$, y / o

un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano que tiene un enlace $Sn-O-Sn$, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano tiene dos enlaces $Sn-R^1$ y un enlace $Sn-OR^2$,

que comprende hacer reaccionar en ausencia de un catalizador, como mínimo, un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende i) y ii) a continuación:

i) un compuesto de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces $Sn-R^1$ (en el que R^1 representa un grupo alquilo), y dos enlaces $Sn-OX$ (en el que OX es un grupo en el que HOX , que es un conjugado ácido de OX , es un ácido de Bronsted que tiene un pK_a de 0 a 6,8); y

ii) un compuesto de tetraalquil diestanoxano que tiene un enlace $Sn-O-Sn$, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces $Sn-R^1$ y un enlace $Sn-OX$ (en el que OX es un grupo en el que HOX , que es un ácido conjugado de OX , es un ácido de Bronsted que tiene un pK_a de 0 a 6,8); y

y un éster de ácido carbónico representado por R^2OCOOR^2 (en la que R^2 representa un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo $Y-CH_2$ (en el que Y representa un grupo polialquilenos de alquilo, un grupo aromático o un grupo éter de alquilenos cíclicos saturado o insaturado)), y / o un alcohol representado por R^2OH (en la que R^2 es el mismo tal como se ha definido anteriormente).

2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que, en el éster de ácido carbónico R^2OCOOR^2 y/o el alcohol R^2OH , R^2 representa un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, o un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado.

3. Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que, en el éster dialquil carbónico R^2OCOOR^2 y/o el alcohol R^2OH , R^2 representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 8 átomos de carbono.

4. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el compuesto de dialquil estaño es un compuesto representado por la siguiente fórmula (1):



(en la que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno, OX^1 y OX^2 son OX^1 y OX^2 en los que HOX^1 y HOX^2 , que son ácidos conjugados de OX^1 y OX^2 , son ácidos de Bronsted que tienen un pK_a de 0 a 6,8, y a y b son números enteros de 0 a 2, respectivamente, y $a + b = 2$).

5. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el compuesto de tetraalquil diestanoxano es un compuesto representado por la siguiente fórmula (2):



(en la que cada R^1 representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno, y OX^3 y OX^4 son OX^3 y OX^4 en los que HOX^3 y HOX^4 , que son ácidos conjugados de OX^3 y OX^4 , son ácidos de Bronsted que tienen un pK_a de 0 a 6,8).

6. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el grupo OX representa un grupo aciloxilo.

5 7. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la reacción del compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano y el éster de ácido carbónico y/o el alcohol se lleva a cabo a una temperatura de 20 a 250°C.

10 8. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño es un compuesto representado por la siguiente fórmula (3):



(en la que
 15 cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, que se deriva de un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano, y cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquilenos de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquilenos cíclico saturado o insaturado), que se deriva de un éster de ácido carbónico y/o un alcohol)).

20 9. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano es un compuesto representado por la siguiente fórmula (4):



(en la que
 25 cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de cada carbono, que se deriva de un compuesto de dialquil estaño y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano, y R² representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquilenos de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquilenos cíclico saturado o insaturado), que se deriva de un éster de ácido carbónico y/o un alcohol)).

30 10. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano son compuestos preparados según un procedimiento que comprende:

35 una etapa (1) de hacer reaccionar una composición de alquil estaño, que contiene un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y un compuesto de alcóxido de trialquil estaño, que se prepara mediante una reacción de desproporción, como mínimo, de un compuesto de alcóxido de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende
 40 un compuesto de dialcóxido de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces Sn-R¹ y dos enlaces Sn-OR² y/o un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano que tiene un enlace Sn-O-Sn, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces Sn-R¹ y un enlace Sn-OR², (en el que el número de dos grupos R¹ unidos al estaño está desproporcionado entre dos moléculas en el caso de un compuesto de alcóxido de dialquil estaño, o está desproporcionado intramolecularmente y/o intermolecularmente en el caso de un
 45 compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, con el fin de convertir a un compuesto de alcóxido de monoalquil estaño que tiene un enlace Sn-R¹ y un compuesto de alcóxido de trialquil estaño que tiene tres enlaces Sn-R¹) con

un ácido representado por la fórmula general HOX (ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) y/o un anhídrido de ácido representado por la fórmula general XOX (en la que OX representa un grupo en el que HOX, que es un
 50 ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), con el fin de producir una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que tienen un grupo (grupo OX), que se deriva del ácido y/o anhídrido de ácido; y

55 una etapa (2) de llevar a cabo una reacción de redistribución de grupos alquilo mediante tratamiento térmico de la mezcla de los compuestos orgánicos de estaño obtenidos en la etapa (1), a fin de obtener a partir del compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y el compuesto de alcóxido de trialquil estaño en la composición de alquil estaño, como mínimo, un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende:

i) un compuesto de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, teniendo el átomo de estaño dos enlaces Sn-R¹ (en el que R¹ representa un grupo alquilo), y dos enlaces Sn-OX (en el que OX es un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), y

ii) un compuesto de tetraalquil diestanoxano que tiene un enlace Sn-O-Sn, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces Sn-R¹ y un enlace Sn-OX (en el que OX es un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8); con la condición de que,

R¹ que está directamente unido al estaño del compuesto de dialquil estaño, el compuesto de tetraalquil diestanoxano, el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño, el compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, el compuesto de alcóxido de monoalquil estaño y el alcóxido de trialquil estaño, es el mismo grupo alquilo.

11. Procedimiento, según la reivindicación 10, en el que la composición de alquil estaño es una composición de alquil estaño formada durante la preparación del éster de ácido carbónico obtenido llevando a cabo de forma secuencial:

una etapa (a) de obtención de un líquido de reacción que contiene un éster de ácido carbónico y el tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la siguiente fórmula general (6) y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono, haciendo reaccionar el dialcóxido de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula general (5) y dióxido de carbono:



(en la que cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquilenos de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquilenos cíclico saturado o insaturado);



(en la que R¹ representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y R² representa un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquilenos de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquilenos cíclico saturado o insaturado);

una etapa (b) de obtención de un líquido residual que contiene el tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono, mediante la separación del éster de ácido carbónico del líquido de reacción por destilación; y

una etapa (c) de hacer reaccionar el líquido residual con un alcohol representado por la siguiente fórmula general (7), a fin de eliminar el agua formada como subproducto, para regenerar el dialcóxido de dialquil estaño, y utilizar el dialcóxido de dialquil estaño como el dialcóxido de dialquil estaño de la etapa (a):



(en la que W representa grupos hidrocarbonados lineales o ramificados, saturados o insaturados, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquilenos de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquilenos cíclico saturado o insaturado).

12. Procedimiento, según la reivindicación 11, en el que la etapa de llevar a cabo el procedimiento según la reivindicación 10 para la regeneración del dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano a partir

de la composición de alquil estaño formada durante la preparación del éster de ácido carbónico se lleva a cabo después de la etapa (b) y/o la etapa (c), según la reivindicación 11, y utiliza el dialcóxido de dialquil estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestanoxano regenerado como el dialcóxido de dialquil estaño de la etapa (a), y como la materia prima de la etapa (c) mediante la mezcla con el líquido residual de la etapa (b).

5 13. Procedimiento para preparar un éster de ácido carbónico que comprende las siguientes etapas (A) a (B) adicionales en el procedimiento según la reivindicación 1:

10 etapa (A): obtener un líquido de reacción que contiene un éster de ácido carbónico y un compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono, haciendo reaccionar el compuesto de dialcóxido de dialquil estaño y/o compuesto de tetraalquil dialcoxi diestanoxano, según reivindicación 1, con dióxido de carbono; y

15 etapa (B): obtener un líquido residual que contiene un tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono mediante la separación del éster de ácido carbónico del líquido de reacción por destilación.

20 14. Procedimiento para preparar el éster de ácido carbónico que comprende además una etapa siguiente (C) en el procedimiento, según la reivindicación 13, y utilizar un compuesto de alquil estaño preparado en la etapa (C) como el compuesto de alquil estaño, según la reivindicación 1:

25 etapa (C): preparar, como mínimo, un compuesto de alquil estaño seleccionado del grupo que comprende i) y ii) siguientes, haciendo reaccionar el líquido residual de la etapa (B) con un ácido representado por la fórmula general HOX (ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) y/o un anhídrido de ácido representado por la fórmula general XOX (en la que OX representa un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8);

30 i) un compuesto de dialquil estaño que tiene un átomo de estaño, dos enlaces Sn-R¹ (en el que R¹ representa un grupo alquilo), y dos enlaces Sn-OX (en el que OX es un grupo en el que HOX, que es un conjugado ácido de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8); y

35 ii) un compuesto de tetraalquil diestanoxano que tiene un enlace Sn-O-Sn, en el que cada átomo de estaño del compuesto de tetraalquil diestanoxano tiene dos enlaces Sn-R¹ y un enlace Sn-OX (en el que OX es un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8).

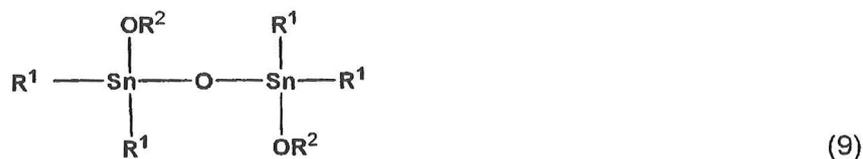
15. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el compuesto de dialquil estaño y/o el compuesto de tetraalquil diestanoxano son compuestos preparados según un procedimiento que comprende:

40 una etapa (I) de hacer reaccionar un dialcóxido de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula general (8) con dióxido de carbono, a fin de obtener un líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico y un tetraalquil dialcoxi diestanoxano representado por la siguiente fórmula general (9) y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono;



45 (en la que cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y

50 cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquileo de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileo cíclico saturado o insaturado)),



55

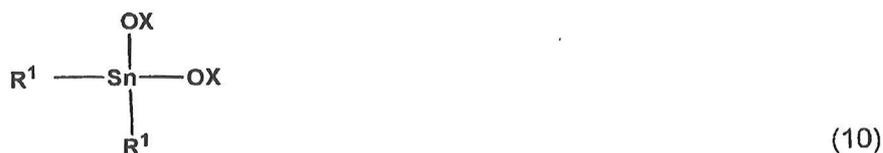
(en la que

cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y

5 cada R² representa de forma independiente un grupo hidrocarburo lineal o ramificado, saturado o insaturado, un grupo hidrocarburo que tiene un sustituyente hidrocarbonado cíclico saturado o insaturado, o un grupo Y-CH₂- (en el que Y representa un grupo polialquileno de alquilo, un grupo aromático, o un grupo éter de alquileno cíclico saturado o insaturado)),

10 una etapa (II) de separación del éster de ácido carbónico del líquido de reacción mediante destilación a fin de obtener un líquido residual que contiene el tetraalquil dialcoxi diestanoxano y/o un conjugado del tetraalquil dialcoxi diestanoxano y dióxido de carbono; y

15 una etapa (III) de hacer reaccionar el líquido residual de la etapa (II) con un ácido representado por la fórmula general HOX (ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8) y/o anhídrido de ácido representado por la fórmula general de XOX (en la que OX representa un grupo en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8), a fin de producir un compuesto que tiene un grupo (grupo OX), que se deriva del ácido y/o el anhídrido de ácido, y que es un compuesto de dialcoxi estaño representado por la siguiente fórmula general (10) y/o un compuesto de tetraalquil diestanoxano representado por la siguiente fórmula general (11):



(en la que

25 cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno, y

OX representa un grupo OX en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8);

30



(En la que

35 cada R¹ representa de forma independiente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

O representa un átomo de oxígeno, y

OX representa un grupo OX en el que HOX, que es un ácido conjugado de OX, es un ácido de Bronsted que tiene un pKa de 0 a 6,8).

40 16. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el que el grupo alquilo R¹ representa un grupo alquilo lineal que tiene de 1 a 8 átomos de carbono.

45 17. Procedimiento, según la reivindicación 16, en el que el grupo alquilo R¹ representa un grupo n-butilo o un grupo n-octilo.

18. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 10, 14 y 15, en el que el ácido HOX representa un ácido carboxílico.

50 19. Procedimiento, según la reivindicación 18, en el que el ácido carboxílico se selecciona del grupo que comprende ácido acético, ácido propiónico y ácido maleico.

20. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 10, 14 y 15, en el que el anhídrido de ácido XOX representa un anhídrido de ácido seleccionado del grupo que comprende anhídrido acético, anhídrido propiónico y anhídrido maleico.

55

FIG.1

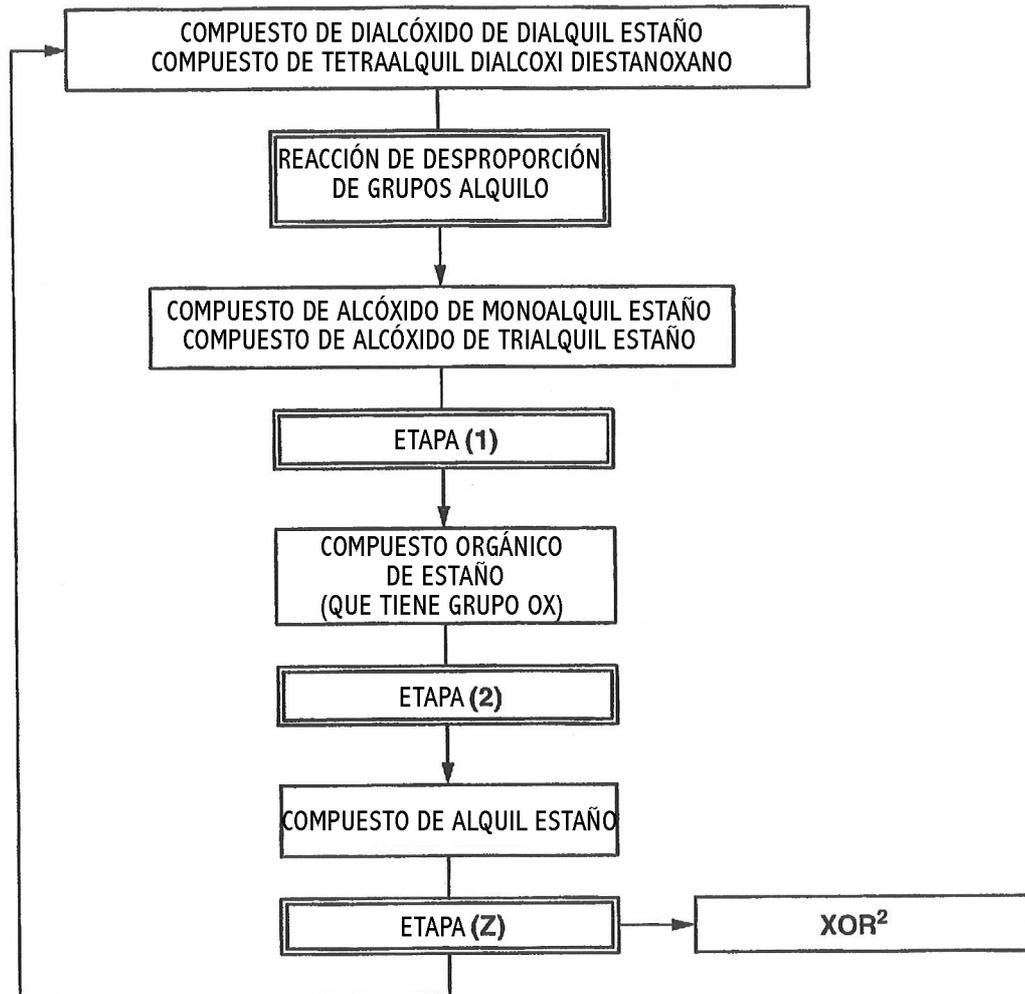


FIG.2

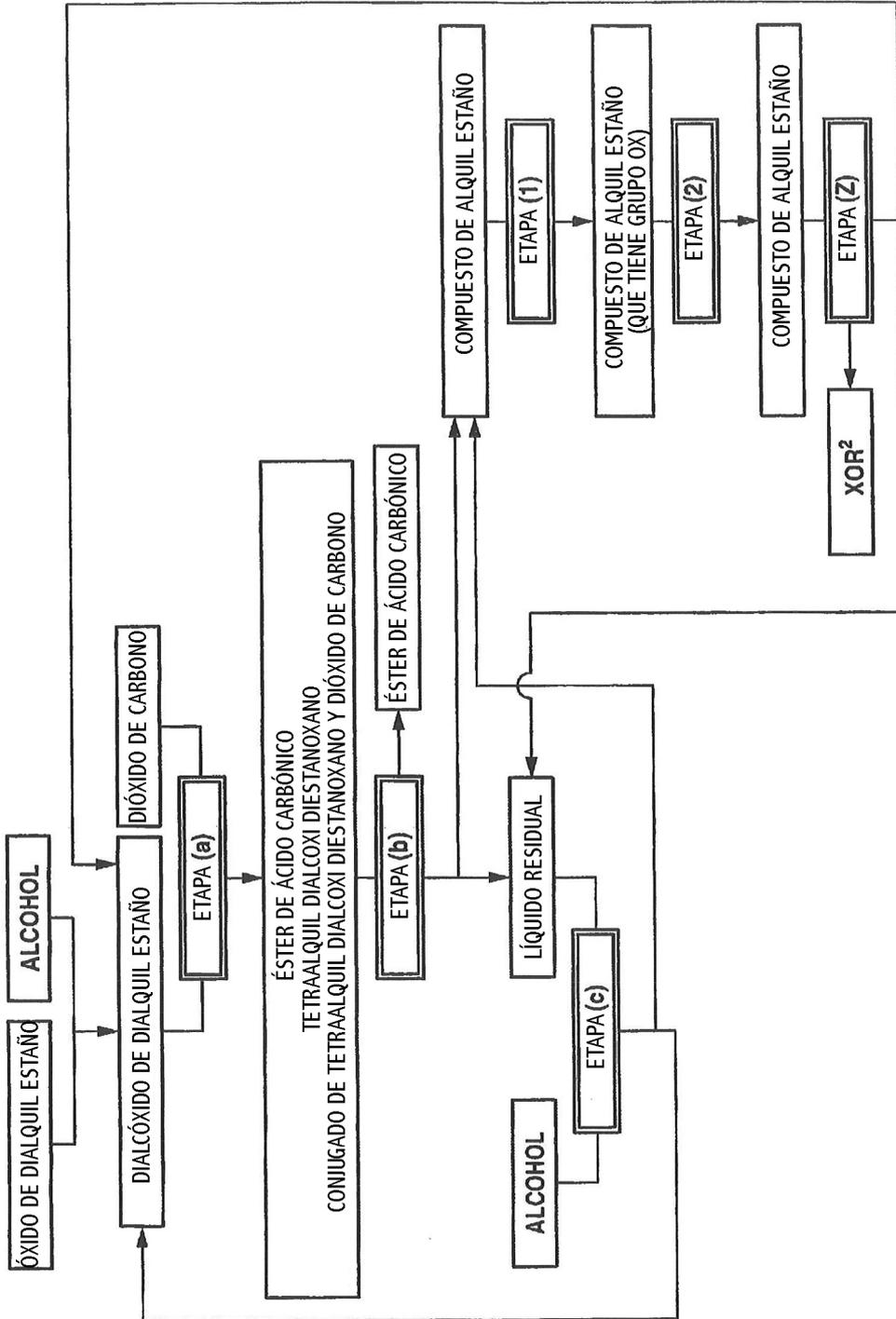


FIG.3

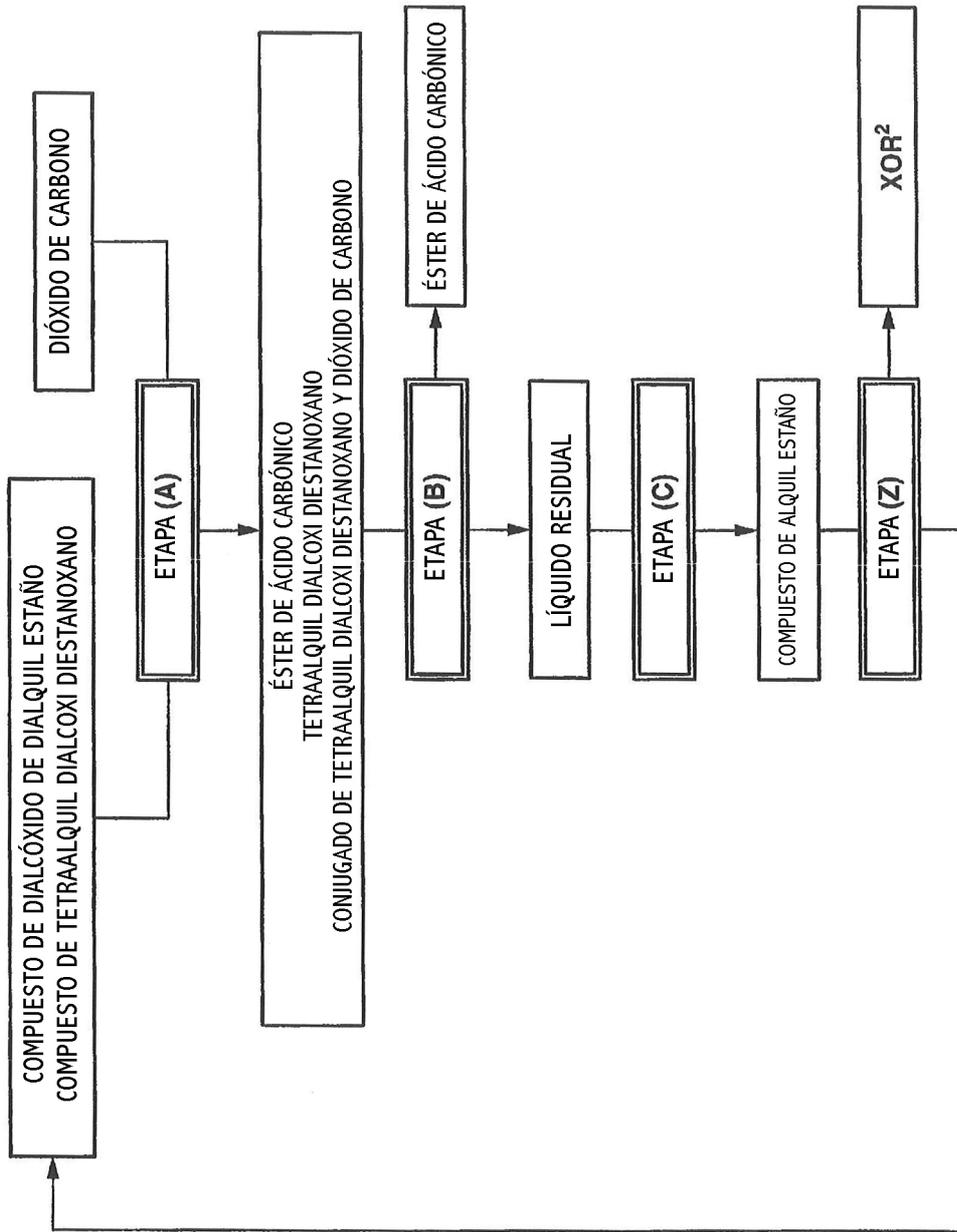


FIG.4

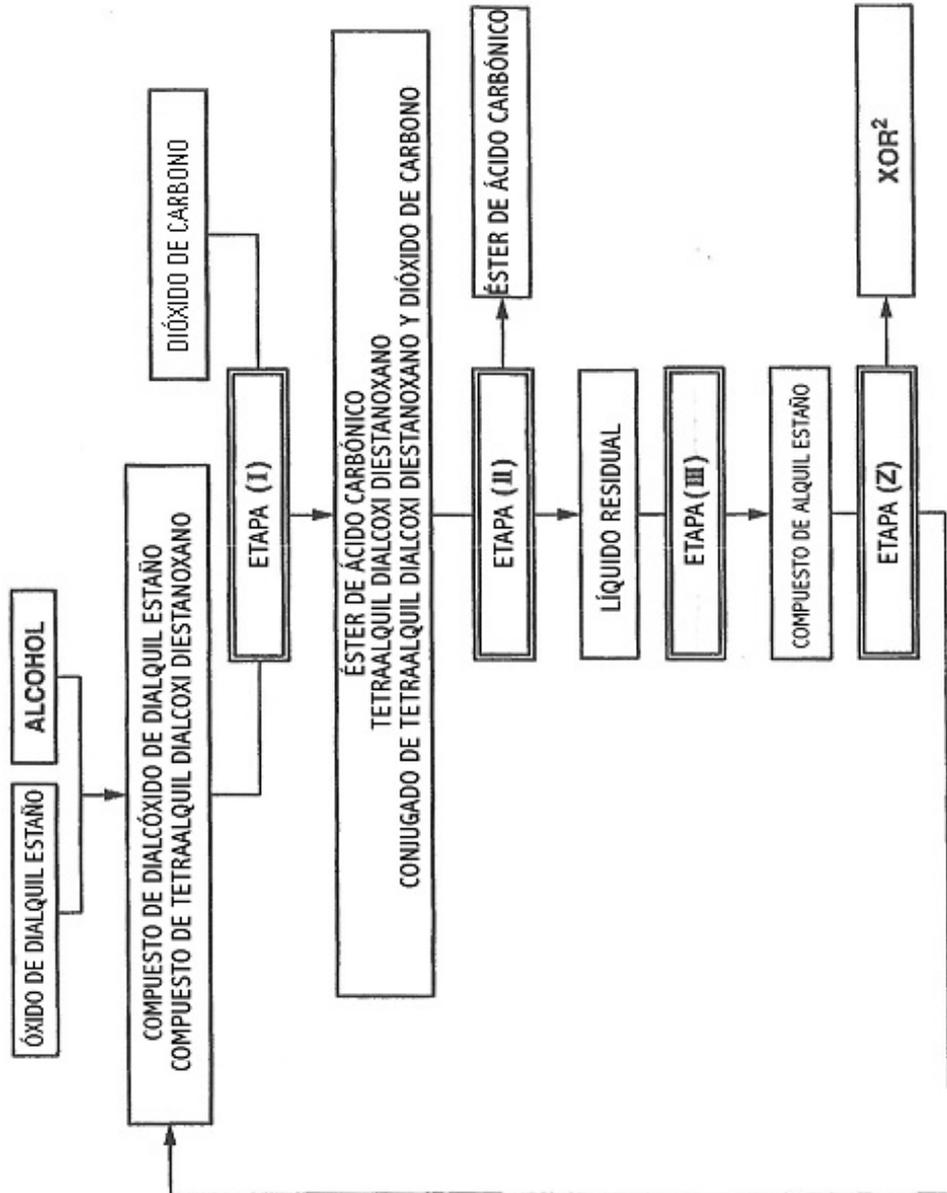


FIG. 5

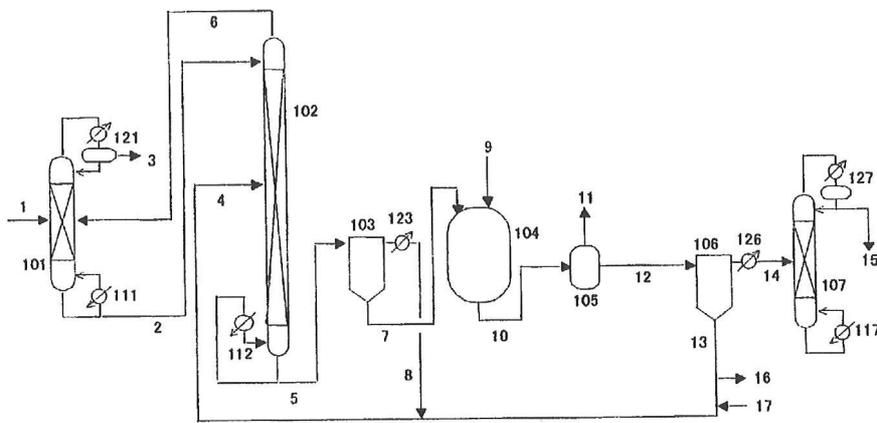


FIG. 6

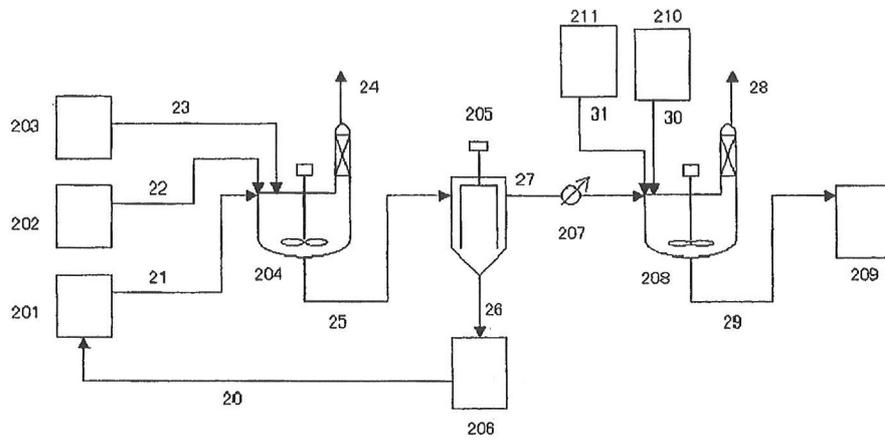


FIG. 7

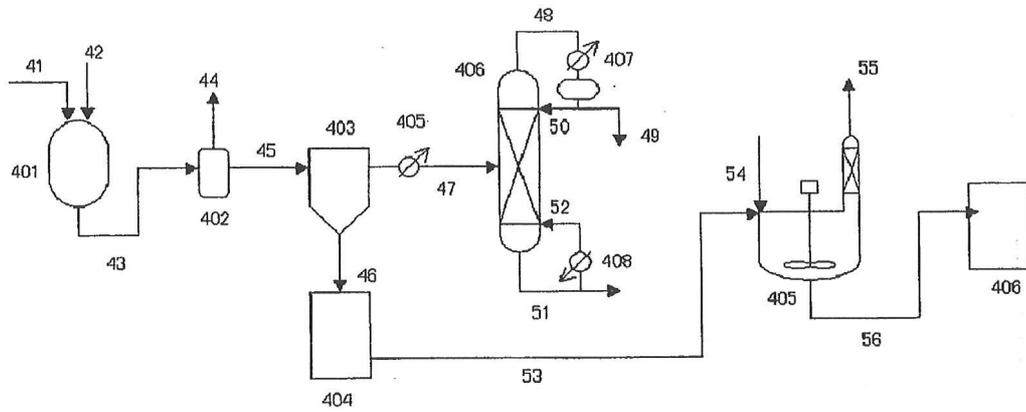


FIG. 8

