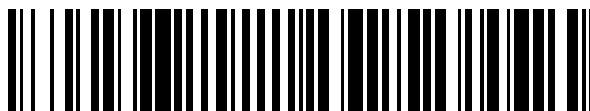


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 402 424**

51 Int. Cl.:

B01D 53/14 (2006.01)

C01B 31/20 (2006.01)

C07C 68/04 (2006.01)

C07C 69/96 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.03.2007** **E 07739991 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.01.2013** **EP 2006013**

54 Título: **Mezcla para la recuperación/utilización y transporte de dióxido de carbono**

30 Prioridad:

30.03.2006 JP 2006093337

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

03.05.2013

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**MIYAKE, NOBUHISA;
ONISHI, KAZUHIRO;
TOMOYASU, KAZUO y
BIJANTO, BUDianto**

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Carlos

ES 2 402 424 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

Mezcla para la recuperación/utilización y transporte de dióxido de carbono

5 Sector técnico

La presente invención se refiere a una mezcla para la utilización de recuperación y/o transferencia de dióxido de carbono utilizando una composición que contiene alcóxido de alquilestaño. Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento para reciclar eficazmente gas que contiene dióxido de carbono descargado de una etapa de producción de carbonato, y a la producción de un carbonato de forma eficiente y continua.

Antecedentes de la técnica

Se ha informado de varios métodos para la absorción de dióxido de carbono gaseoso. Específicamente, se ha informado de métodos de adsorción química, tales como un método que utiliza una solución acuosa de monoetanolamina (véase, por ejemplo, el documento de patente 1: patente japonesa No. 2809368), un método que utiliza una amina terciaria (véase, por ejemplo, el documento de patente 2: solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2003-261315), y un método que utiliza un polvo poroso que tiene hidróxido de calcio como uno de sus componentes principales (véase, por ejemplo, el documento de patente 3: solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 5-184864), y un método de adsorción sólida que utiliza una zeolita o similares (véase, por ejemplo, el documento de patente 4: solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2004-344703).

En el método para recuperar dióxido de carbono que utiliza una solución acuosa de monoetanolamina o una amina terciaria, se conoce que después de la recuperación, en una etapa en la que se somete el dióxido de carbono absorbido a descarbonatación, el compuesto de amina es arrastrado por el dióxido de carbono; se ha informado de un método en el que, para eliminar este compuesto de amina, el compuesto de amina se elimina por lavado del dióxido de carbono obtenido a través de la descarbonatación con agua de lavado (véase, por ejemplo, el documento de patente 5: solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2002-126439). Sin embargo, en el caso de utilizar dicho compuesto de amina como absorbente de dióxido de carbono, en la mayoría de los casos, el absorbente se utiliza como una solución acuosa, y por lo tanto, se conoce que el dióxido de carbono obtenido a través de la etapa de descarbonatación contiene agua (véase, por ejemplo, el documento de patente 5: solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2002-126439), y, además, en el caso de que se añade una etapa de lavado acuosa para eliminar el compuesto de amina presente como una impureza, el contenido de agua del dióxido de carbono es aún superior.

Por otra parte, en el caso de utilizar un absorbente sólido tal como hidróxido de calcio o una zeolita como absorbente, el absorbente se debe preparar como un polvo fino a fin de aumentar el área de contacto, pero existe un problema de que dicho polvo fino es difícil de manejar. Se han informado métodos en los que se resuelve este problema, por ejemplo, se conoce un método que utiliza un óxido litiado (véase, por ejemplo, el documento de patente 6: solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2002-85966). Sin embargo, con este método, tanto la absorción y como la eliminación de dióxido de carbono gaseoso se deben llevar a cabo a una temperatura de varios cientos de grados, y por lo tanto, existe un problema de que debe administrarse mucha energía para la recuperación de dióxido de carbono. Es decir, hasta la fecha se han conocido muchos métodos, pero siguen existiendo muchos problemas con dichos procedimientos en los que se absorbe y se recupera dióxido de carbono gaseoso, y a continuación se elimina para obtener dióxido de carbono gaseoso.

Se ha informado un caso en el que se inserta dióxido de carbono en un enlace estaño-metóxido de dimetóxido de dimetilestaño (véase, por ejemplo, el documento No patente 1: J. Am. Chem. Soc., 121 (1999), 3793-3794). En este caso, se menciona que la materia en la que se inserta el dióxido de carbono en el dimetóxido de dimetilestaño está presente en el dióxido de carbono supercrítico, y que el dióxido de carbono se produce en exceso (en este caso, 4 equivalentes) en base a los átomos de estaño contenidos en el dimetóxido de dimetilestaño. Además, se indica que existe producción incluso con una solución saturada de dióxido de carbono a 4°C, pero se afirma que al mismo tiempo el producto es inestable a temperatura ambiente siendo descargado el dióxido de carbono, y por lo tanto, no se ha logrado la recuperación y reutilización del dióxido de carbono.

Además, se ha informado un caso en el que se inserta dióxido de carbono en un enlace estaño-metóxido de 1,3-dimetoxitetra-butilestanoxano (véase, por ejemplo, el documento No patente 2: Applied Catalysis A: General, 255 (2003), 93-99). En este caso, el 1,3-dimetoxitetra-butilestanoxano se hace reaccionar con dióxido de carbono a temperatura ambiente y presión atmosférica con el fin de obtener 1-metoxi-3-metilcarbonatotetra-butilestanoxano sólido. Sin embargo, este sólido se produce sólo en la identificación estructural, y no se ha logrado un método en el que se utiliza el sólido. Como un ejemplo en el que se utiliza el producto de la reacción entre 1,3-dimetoxitetra-butilestanoxano y dióxido de carbono, existe un método dado a conocer previamente por los presentes solicitantes (véase, por ejemplo, el documento de patente 9: WO 03-055840), pero es solamente el método en el que se pone 1,3-dimetoxitetra-butilestanoxano en un recipiente de alta presión y se hace reaccionar con dióxido de carbono, a modo de producir un carbonato en el recipiente de alta presión. El documento WO 03/055840

no da a conocer la mezcla de la presente invención que comprende: una composición de alquilestaño que contiene un alcóxido de alquilestaño y un complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño; y dióxido de carbono. Además, el documento WO 03/055840 no da a conocer ninguna enseñanza en relación con la mezcla de la presente invención, y, por ejemplo, no da a conocer ninguna enseñanza en relación con las condiciones necesarias para producir una composición estable que contiene dióxido de carbono o un complejo de dióxido de carbono estable. La presente invención es el resultado de estudios asiduos adicionales con el objetivo de obtener una composición para la utilización de recuperación y/o transferencia mediante la producción de un compuesto de estaño específico que contiene dióxido de carbono en una relación específica, y es completamente diferente a la técnica anterior.

En relación con lo anterior, en años recientes se han dado a conocer procedimientos de producción de carbonato en los que el dióxido de carbono se utiliza como material de partida (véase, por ejemplo, el documento de patente 8: patente japonesa No. 3385359, documento de patente 9: WO 03-055840). En dichos procedimientos de producción de carbonato en los que se utiliza dióxido de carbono como material de partida, el equilibrio de la reacción se desplaza hacia el lado del sistema de reactivos, y por lo tanto, en general, se utiliza dióxido de carbono de alta presión, y en muchos casos se utiliza dióxido de carbono supercrítico (véase, por ejemplo, los ejemplos en el documento de patente 8: patente japonesa No. 3385359), la cantidad de dióxido de carbono utilizado en la reacción es muy baja, siendo descargado el dióxido de carbono que no se utiliza. Además, los presentes inventores han dado a conocer un método en el que el dióxido de carbono no se prepara para ser supercrítico, sino más bien se utiliza dióxido de carbono a una presión relativamente baja (véase, por ejemplo, el documento de patente 9: WO 03-055840), pero solamente se indica que si el dióxido de carbono se somete a reacción a presión alta, entonces el dióxido de carbono se desperdicia al volver a la presión normal, y no existen casos en los que se describe la recuperación y reutilización del dióxido de carbono sin reaccionar.

El dióxido de carbono descargado de dicho procedimiento de producción de carbonato en el que se utiliza dióxido de carbono como un material de partida está a presión normal; como un procedimiento de reutilización de dicho dióxido de carbono a presión normal, un ejemplo es un método en el que el dióxido de carbono se utiliza después de haber sido represurizado utilizando un compresor o similar, tal como se utiliza en un sistema de extracción de dióxido de carbono supercrítico. Con este método, el dióxido de carbono a una presión aproximadamente normal debe ser presurizado, como mínimo, a varios MPa. En comparación con el dióxido de carbono utilizado en la reacción, hay mucho más dióxido de carbono sin reaccionar que es descargado y debe ser represurizado (en muchos casos, como mínimo, varias decenas de veces más), y por lo tanto, se requiere un compresor muy grande, y además se debe entregar mucha energía eléctrica para accionar el compresor y para utilizar un enfriador para eliminar el calor producido cuando se comprime el dióxido de carbono. Este equipo y la demanda de energía eléctrica provocan un empeoramiento de la competitividad de costes de la producción de carbonato, de modo que no vale la pena implementar la producción de carbonato industrialmente, y por lo tanto, lo anterior no se ha implementado como un procedimiento de producción de carbonato. Además, en el caso de que el sistema de reacción contiene un alcohol de bajo punto de ebullición (por ejemplo metanol) o un carbonato de bajo punto de ebullición (por ejemplo, carbonato de dimetilo), el dióxido de carbono descargado desde el estado de alta presión contiene gran parte de este alcohol de bajo punto de ebullición o carbonato de bajo punto de ebullición, y por lo tanto, esta materia de bajo punto de ebullición (alcohol de bajo punto de ebullición o carbonato de bajo punto de ebullición) puede licuarse parcialmente cuando el dióxido de carbono descargado es presurizado de nuevo, y para mantener el rendimiento del compresor, puede ser necesario controlar la extracción de la materia de bajo punto de ebullición licuada, de manera que el aparato para mantener el rendimiento del compresor se vuelve muy dificultoso.

Documento de patente 1: Patente japonesa No. 2809368
 Documento de patente 2: Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2003-261315
 Documento de patente 3: Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 5-184864
 Documento de patente 4: Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2004-344703
 Documento de patente 5: Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2002-126439
 Documento de patente 6: Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2002-85966
 Documento de patente 7: Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2003-192643
 Documento de patente 8: Patente japonesa No. 3385359
 Documento de patente 9: WO 03-055840
 Documento No patente 1: J. Am. Chem. Soc., 121 (1999), 3793-3794
 Documento No patente 2: Applied Catalysis A: General, 255 (2003), 93-99

Características de la invención

Problemas a ser resueltos por la invención

Un objetivo de la presente invención es dar a conocer una mezcla en la que el dióxido de carbono gaseoso está fijado que permite que el dióxido de carbono sea recuperado y utilizado, y, además, da a conocer una mezcla que se puede transferir como un componente líquido. Otro objetivo de la presente invención es dar a conocer un procedimiento en el que se utiliza dicha mezcla, a modo de reciclar eficazmente gas que contiene dióxido de carbono descargado de una etapa de producción de carbonato, y producir un carbonato de forma eficiente y continua. Un objetivo adicional es utilizar la presente invención para permitir que el gas que contiene dióxido de

carbono que convencionalmente ha sido descargado a menudo a la atmósfera sea recuperado y reutilizado, a fin de mejorar la eficiencia de utilización del dióxido de carbono.

Medios para resolver los problemas

5 Los presentes inventores llevaron a cabo extensos estudios para lograr los objetivos anteriores, y como resultado han conseguido la presente invención al descubrir que una mezcla que comprende un compuesto de estaño específico y dióxido de carbono en una relación específica es muy útil para esto.

10 La presente invención da a conocer:

[1] una mezcla para la transferencia de dióxido de carbono, que comprende:

15 una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene un alcóxido de alquilestaño y un complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño; y dióxido de carbono;
 en la que siendo Z el número de moles de los átomos de estaño en el alcóxido de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla,
 20 siendo (CO₂) el dióxido de carbono incorporado en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y el dióxido de carbono contenido en la mezcla,
 y siendo (OR) los grupos contenidos en la mezcla, en la que O en cada uno de los grupos OR representa un átomo de oxígeno, y R representa un grupo alifático o un grupo aralquilo, siendo (i) R de un grupo OR que forma un enlace estaño-OR y/o (ii) R de un grupo OR que forma un enlace -O-(CO)-OR en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño,
 25 en una relación Z:(CO₂)_x:(OR)_y, una proporción molar representada por x está en el intervalo de 0,1 a 2, y una proporción molar representada por y está en un intervalo de 0,5 a 2,

[2] la mezcla, según el punto [1], en la que la mezcla se obtiene mediante la absorción de dióxido de carbono gaseoso en la composición de alcóxido de alquilestaño, y llevando a cabo una reacción química,

30 [3] la mezcla, según el punto [1] o [2], en la que cada uno de los grupos R es un grupo alifático,

[4] la mezcla, según cualquiera de los puntos [1] a [3], en la que cada uno de los grupos R es un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono,

35 [5] la mezcla, según cualquiera de los puntos [1] a [4], en la que cada uno de los grupos R es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono,

[6] la mezcla, según el punto [2], en la que la reacción química se lleva a cabo a una presión en el intervalo desde presión normal hasta 1 MPa,

[7] la mezcla, según el punto [2], en la que la reacción química se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de -40 a 80°C,

45 [8] la mezcla, según el punto [2], en la que la composición de alcóxido de alquilestaño está en estado líquido cuando el dióxido de carbono gaseoso es absorbido en la misma,

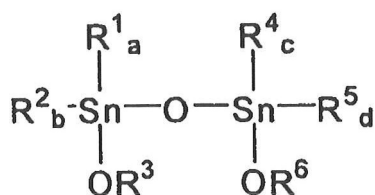
[9] la mezcla, según cualquiera de los puntos [1] a [8], en la que la mezcla se transfiere a una temperatura en el intervalo de -40 a 80 °C,

50 [10] la mezcla, según cualquiera de los puntos [1] a [9], en la que la composición de alcóxido de alquilestaño contiene un tetraalquildialcoxidiestanoxano y/o un dialcóxido de dialquilestaño,

[11] la mezcla, según el punto [10], en la que la relación molar entre el tetraalquildialcoxidiestanoxano y el dialcóxido de dialquilestaño contenida en la composición de alcóxido de alquilestaño está en el intervalo de 0:100 a 80:20,

[12] la mezcla, según el punto [10] o [11], en la que la mezcla contiene además un carbonato, siendo el contenido de carbonato menor del 20% molar basado en el número de moles del tetraalquildialcoxidiestanoxano en la composición de alcóxido de alquilestaño,

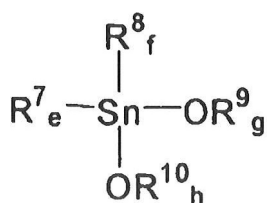
60 [13] la mezcla, según cualquiera de los puntos [10] a [12], en el que el tetraalquildialcoxidiestanoxano es un tetraalquildialcoxidiestanoxano representado por la siguiente fórmula general (1):



(1)

en la que R^1 , R^2 , R^4 , y R^5 representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, R^3 y R^6 representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, a y b son números enteros de 0 a 2 con a + b = 2, y c y d son números enteros de 0 a 2 con c + d = 2,

[14] la mezcla, según cualquiera de los puntos [10] a [12], en la que el dialcóxido de dialquilestaño es un dialcóxido de dialquilestaño representado por la siguiente fórmula general (2)



(2)

en la que R^7 y R^8 representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, R^9 y R^{10} representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, e y f son números enteros de 0 a 2 con e + f = 2, y g y h son números enteros de 0 a 2 con g + h = 2,

[15] la mezcla, según cualquiera de los puntos [1] a [14], en la que la composición de alcóxido de alquilestaño es una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene un componente monómero, agregado, o polimérico, como mínimo, de un alcóxido de dialquilestaño,

[16] un procedimiento de producción de carbonato, que comprende hacer reaccionar la mezcla, según el punto [1] con dióxido de carbono,

[17] el procedimiento de producción de carbonato, según el punto [16], que comprende las etapas de:

etapa 1: obtener una mezcla que comprende dióxido de carbono y una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene un complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño obtenido haciendo reaccionar el alcóxido de alquilestaño con dióxido de carbono gaseoso, en el que siendo Z el número de moles de átomos de estaño en el alcóxido de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla, siendo (CO_2) el dióxido de carbono incorporado en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y el dióxido de carbono contenido en la mezcla, y siendo (OR) los grupos OR contenidos en la mezcla, en la que O en cada uno de los grupos OR representa un átomo de oxígeno, y R representa un grupo alifático o un grupo aralquilo, siendo (i) R de un grupo OR que forma un enlace estaño-OR y/o (ii) R de un grupo OR que forma un enlace -O-(CO)-OR en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, en la relación $Z:(CO_2)_x:(OR)_y$, una proporción molar representado por x está en el intervalo de 0,1 a 2, y una proporción molar representada por y está en el intervalo de 0,5 a 2;

etapa 2: transferir la mezcla en estado líquido a una etapa de síntesis de carbonato;

etapa 3: obtener un líquido de reacción que contiene un carbonato a partir de la mezcla en presencia de dióxido de carbono; y

etapa 4: separar el dióxido de carbono como un componente gaseoso del líquido de reacción,

[18] el procedimiento de producción de carbonato, según el punto [17], que comprende además: después de la etapa 4:

etapa 5: reciclar el dióxido de carbono gaseoso separado en la etapa 1,

[19] el procedimiento de producción de carbonato, según el punto [18], que comprende además: después de la etapa

5:

etapa 6: separar el carbonato del líquido de reacción del que se ha separado el dióxido de carbono en la etapa 4, a fin de obtener un líquido residual;

etapa 7: hacer reaccionar el líquido residual con un alcohol, con el fin de obtener la composición de alcóxido de alquilestaño; y

etapa 8: reciclar la composición de alcóxido de alquilestaño a la etapa 1,

[20] el procedimiento de producción de carbonato, según el punto [19], en el que el alcohol es un alcohol representado por la fórmula siguiente (3):



en la que R^{11} tiene la misma definición que R en los grupos OR en la mezcla en la etapa 1,

[21] un método de utilización de la recuperación de dióxido de carbono comprende:

calentar y/o someter a presión reducida la mezcla, según el punto [1], a fin de eliminar el dióxido de carbono, y utilizar el dióxido de carbono eliminado,

[22] un procedimiento para preparar un dióxido de carbono gaseoso seco, que comprende obtener como un componente de la fase líquida la mezcla, según el punto [1], siendo la mezcla una mezcla obtenida mediante el suministro continuo de dióxido de carbono gaseoso a un reactor y provocar una reacción química, y, simultáneamente, extraer continuamente una parte de la fase gas del reactor, con el fin de obtener el dióxido de carbono gaseoso seco que tiene un contenido de agua menor que el dióxido de carbono gaseoso suministrado continuamente,

[23] un método para transferir dióxido de carbono, que comprende transferir de la mezcla, según el punto [1], en estado líquido,

[24] el método para transferir, según el punto [23], en el que la mezcla se transfiere a una temperatura en el intervalo de -40 a 80 °C.

Efectos ventajosos de la invención

Mediante la utilización de la mezcla, según la presente invención, el dióxido de carbono puede ser transferido como una mezcla líquida, y, además, el dióxido de carbono obtenido a partir de la mezcla no contiene sustancialmente agua. Además, la mezcla, según la presente invención, se puede obtener fácilmente haciendo reaccionar dióxido de carbono gaseoso y una composición de alcóxido de alquilestaño juntos, y, por lo tanto, se puede utilizar como una mezcla de utilización de la recuperación dióxido de carbono con una buena eficiencia. Por lo tanto, la presente invención es muy útil industrialmente.

Descripción breve de los dibujos

La figura 1 ilustra un diagrama de flujo de la producción de carbonato utilizando una mezcla de la presente invención;

La figura 2 ilustra un diagrama de flujo en el que se recupera el dióxido de carbono gaseoso no utilizado a fin de obtener la mezcla de la presente invención, y se produce un carbonato;

La figura 3 ilustra un diagrama de flujo en el que se recupera el dióxido de carbono gaseoso no utilizado a fin de obtener la mezcla de la presente invención, y se produce un carbonato;

La figura 4 muestra un diagrama esquemático de un aparato para preparar una mezcla que contiene un complejo de la composición de alcóxido de alquilestaño y dióxido de carbono;

La figura 5 muestra un diagrama esquemático de un aparato para preparar una mezcla que contiene un complejo de la composición de alcóxido de alquilestaño y dióxido de carbono;

La figura 6 muestra un diagrama esquemático de un aparato de producción de carbonato que incluye una etapa de producción de una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono;

La figura 7 muestra un diagrama esquemático de un aparato para preparar una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono;

La figura 8 muestra un diagrama esquemático de un aparato para preparar una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono;

La figura 9 muestra un diagrama esquemático de un aparato para preparar una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono;

La figura 10 muestra un diagrama esquemático de un aparato de producción de carbonato que incluye una etapa de producción de una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono;

La figura 11 muestra un diagrama esquemático de un aparato de producción de carbonato que incluye una etapa de recuperación de dióxido de carbono;

La figura 12 muestra un espectro de ^{119}Sn -RMN de una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono;

La figura 13 muestra un espectro de ^{13}C -RMN de una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono;

5 La figura 14 muestra un espectro de ^1H -RMN de una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono; y

La figura 15 muestra un espectro de ^{119}Sn -RMN de una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono;

Descripción de los números de referencia

10 110, 180: columna de destilación; 120, 240, 340, 440: reactor de columna; 130, 160, 170: evaporador de película fina; 140: aparato de producción del complejo de dióxido de carbono; 150, 540: autoclave; 111, 121, 181: generador de vapor; 112, 132, 172, 182: condensador; 131, 162, 341, 442: enfriador; 141: bomba de refuerzo; 163, 166: compresor; 220, 164, 165: reactor de tanque; 1, 13, 14, 22, 26, 28: conducción de suministro; 2, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 15, 16, 17, 18, 19, 23, 24, 25, 27, 30: conducción de transferencia; 3, 20, 29: conducción de recuperación; 12, 15, 21: conducción de purga.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

20 Las realizaciones de la presente invención se describirán a continuación con referencia a los dibujos. Las siguientes realizaciones son solamente ilustrativas para explicar la presente invención, sin intención de limitar la presente invención solamente estas realizaciones. Sin apartarse de la esencia de la presente invención, la presente invención se puede implementar de varios modos.

25 Una mezcla, según la presente invención, es una mezcla para la utilización de la recuperación y/o transferencia de dióxido de carbono que comprende un compuesto de estaño específico y dióxido de carbono en una proporción específica. La mezcla, según la presente invención, puede obtenerse fácilmente a partir de dióxido de carbono gaseoso y una composición de alcóxido de alquilestaño. Específicamente, la mezcla, según la presente invención, es una mezcla para transferir dióxido de carbono que comprende:

30 una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene un alcóxido de alquilestaño y un complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño;

y

dióxido de carbono;

35 en la que siendo Z el número de moles de los átomos de estaño en el alcóxido de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla,

siendo (CO_2) el dióxido de carbono incorporado en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y el dióxido de carbono contenido en la mezcla,

y siendo (OR) los grupos contenidos en la mezcla, en la que O en cada uno de los grupos OR representa un átomo de oxígeno, y R representa un grupo alifático o un grupo aralquilo, siendo (i) R de un grupo OR que forma un enlace estaño-OR y/o (ii) R de un grupo OR que forma un enlace -O-(CO)-OR en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño,

40 en una relación $Z:(\text{CO}_2)_x:(\text{OR})_y$, una proporción molar representada por x está en el intervalo de 0,1 a 2, y una proporción molar representada por y está en un intervalo de 0,5 a 2,

45 La mezcla, según la presente invención, se describirá con más detalle a continuación.

La mezcla, según la presente invención, es una mezcla que contiene un complejo de dióxido de carbono de una composición de alcóxido de alquilestaño, y, preferentemente es una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono de la composición de alcóxido de alquilestaño que contiene un alcóxido de alquilestaño representado por la fórmula (1) y/o la fórmula (2) descritas a continuación.

55 El término "alcóxido de alquilestaño" utilizado en la presente invención se refiere a un alcóxido de alquilestaño específico. Específicamente, cada dicho alcóxido de alquilestaño específico contiene, como mínimo, un átomo de estaño tetravalente en la molécula del mismo, siendo contabilizada la valencia por los enlaces estaño-alquilo y por los enlaces estaño-oxígeno (incluyendo los enlaces estaño-alcóxi), existiendo, como mínimo, uno de estos enlaces en la molécula como los enlaces a cada átomo de estaño. Nótese, sin embargo, que puede haber coordinación de otras moléculas a un átomo de estaño desde fuera de la molécula, siempre y cuando no se vea afectado el objetivo de la presente invención. Ejemplos de dicha coordinación de fuera de la molécula incluyen la asociación a través de la coordinación de donantes con un alcohol o entre alcóxidos de alquilestaño, y la coordinación de dióxido de carbono, aunque no existe limitación a los mismos.

60 El grupo alquilo que forma cada uno de los enlaces estaño-alquilo anteriores se refiere a un grupo alifático o aralquilo. Ejemplos de los mismos incluyen grupos alquilo que son grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono y grupos cicloalquilo que son grupos hidrocarbonados alicíclicos que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, propilo, butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros),

2-butenilo, ciclobutenilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, ciclopentilo, ciclopentadienilo y ciclohexenilo, y grupos aralquilo que tienen de 7 a 20 átomos de carbono, tales como bencilo y feniletilo. Además, el grupo alquilo puede contener un enlace de éter, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. En el caso de que haya una pluralidad de grupos alquilo unidos a un átomo de estaño, los grupos alquilo pueden ser iguales entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes. De los grupos alquilo anteriores, es preferente uno seleccionado entre un grupo n-butilo y un grupo n-octilo.

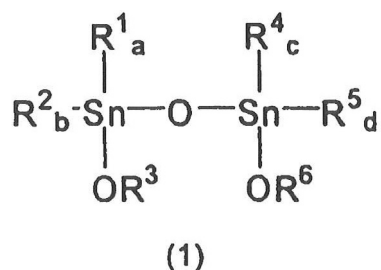
Un grupo alquilo que forma un grupo alcoxi (un grupo que comprende un enlace oxígeno-alquilo) que forman cada uno de los enlaces de estaño-alcoxi entre los enlaces estaño-oxígeno anteriores se refiere a un grupo alifático o aralquilo. Ejemplos de los mismos son grupos alifáticos de cadena lineal o ramificados que tienen de 1 a 12 átomos de carbono, grupos cicloalquilo que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, grupos alquenilo de cadena lineal o ramificada que tienen de 2 a 12 átomos de carbono, y grupos aralquilo que tienen de 7 a 20 átomos de carbono que comprenden un arilo opcionalmente sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono y un alquilo seleccionado del grupo que comprende alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono, o el grupo alquilo puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. Es particularmente preferente un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. En el caso de que el número de átomos de carbono es bajo, la estabilidad y fluidez para la transferencia puede empeorar, y en el caso de tener un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo alcoxi, el compuesto puede no ser líquido, y por lo tanto es más preferente que este átomo de carbono adyacente forme una estructura de grupo metileno (CH₂), siendo los ejemplos más preferentes del grupo alquilo que forma el grupo alcoxi los grupos alquilo que tienen de 4 a 6 átomos de carbono y en los que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. En el caso de que haya una pluralidad de grupos alcoxi unidos a un átomo de estaño, los grupos alcoxi pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos puede ser diferente.

Los enlaces estaño-oxígeno diferentes a los enlaces de estaño-alcoxi pueden ser cualquier enlace siempre que éstos sean enlaces no afecten el objetivo de la presente invención. Preferentemente dichos enlaces son enlaces estaño-oxígeno que forman un enlace estaño-oxígeno-estaño.

El término "composición de alcóxido de alquilestaño" utilizado en la presente invención se refiere a una composición que contiene un alcóxido de alquilestaño tal como se describió anteriormente. Una composición de alcóxido de alquilestaño preferente es una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene un tetraalquildialcoxiestanoxano representado por la fórmula (1) y/o un dialcóxido de dialquilestaño representado por la fórmula (2).

Lo que sigue es una descripción más detallada de cada alcóxido de alquilestaño utilizado en la presente invención, presentando ejemplos.

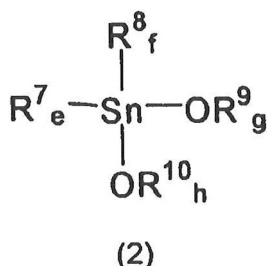
El término "tetraalquildialcoxiestanoxano" utilizado en la presente invención se refiere a un tetraalquildialcoxiestanoxano representado por la siguiente fórmula (1), una fórmula estructural representativa se muestra en la siguiente fórmula (1), pero el tetraalquildialcoxiestanoxano puede ser un monómero, un agregado, un multímero, o un polímero:



en la que R¹, R², R⁴, y R⁵ representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, R³ y R⁶ representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, a y b son números enteros de 0 a 2 con a + b = 2, y c y d son números enteros de 0 a 2 con c + d = 2.

Los ejemplos de cada uno de R¹, R², R⁴, y R⁵ en el tetraalquildialcoxiestanoxano de fórmula (1) incluyen grupos alquilo que son grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono y grupos cicloalquilo que son grupos hidrocarbonados alicíclicos que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, propilo, butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros), 2-butenilo, ciclobutenilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo,

- ciclopentilo, ciclopentadienilo y ciclohexenilo, y grupos aralquilo que tienen de 7 a 20 átomos de carbono, tales como bencilo y feniletilo. Además, el grupo alquilo puede contener un enlace de éter, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no existe ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. Es particularmente preferente un grupo alquilo de cadena lineal o ramificado que tiene de 1 a 8 átomos de carbono. Se puede utilizar un grupo que tiene más átomos de carbono que el anterior, pero la fluidez puede empeorar, o puede verse afectada la productividad. R^1 , R^2 , R^4 , y R^5 en la fórmula (1) pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes.
- 10 Cada R^3 y R^6 representan un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que comprende un arilo opcionalmente sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono y un grupo alquilo seleccionado del grupo que comprende alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen
- 15 de 5 a 14 átomos de carbono, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. R^3 y R^6 en la fórmula (1) pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes.
- 20 Ejemplos del tetraalquildialcoxidiestanoxano representado por la fórmula (1) incluyen tetraalquildialcoxidiestanoxanos y tetraalquildiaralquiloxidiestanoxanos tales como
- 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dimetoxi-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dietoxi-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipropoxi-diestanoxano (isómeros),
 25 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutoxi-diestanoxano (isómeros),
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipentiloxi-diestanoxano (isómeros),
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dihexiloxi-diestanoxano (isómeros),
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-diheptiloxi-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibenciloxi-diestanoxano,
 30 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dimetoxi-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dietoxi-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipropoxi-diestanoxano (isómeros),
 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi-diestanoxano (isómeros),
 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipentiloxi-diestanoxano (isómeros),
 35 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dihexiloxi-diestanoxano (isómeros),
 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diheptiloxi-diestanoxano (isómeros), y
 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibenciloxi-diestanoxano. Uno se puede seleccionar del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.
- 40 De los tetraalquildialcoxidiestanoxanos representados por la fórmula (1), es preferente uno en el que cada uno de los grupos R^1 , R^2 , R^4 , y R^5 se selecciona entre un grupo n-butilo y un grupo n-octil es preferente, siendo ejemplos particularmente preferentes aquellos en los que cada uno de los grupos R^3 y R^6 es un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. En el caso de que el número de átomos de carbono en el grupo R^3 y el grupo R^6 es bajo, la estabilidad y la fluidez para la transferencia pueden empeorar, y en el caso en que tengan un sustituyente en el
- 45 átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo OR^3 u OR^6 formado a partir del grupo R^3 o R^6 , el compuesto puede no ser líquido, y por lo tanto lo más preferente para este átomo de carbono adyacente es que forme una estructura de grupo metileno (CH_2), siendo los ejemplos más preferentes aquellos en los que cada uno de los grupos R^3 y R^6 sea un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. Los ejemplos más preferentes mencionados incluyen
- 50 1,1,3,3-tetra-(n-butil)-1,3-di-(n-butoxi)-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetra-(n-butil)-1,3-di-(n-pentiloxi)-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetra-(n-butil)-1,3-bis-(3-metilbutoxi)-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetra-(n-butil)-1,3-di-(n-hexiloxi)-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetra-(n-butil)-1,3-bis-(2-etilbutoxi)-diestanoxano,
 55 1,1,3,3-tetra-(n-octil)-1,3-di-(n-butoxi)-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetra-(n-octil)-1,3-di-(n-pentiloxi)-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetra-(n-octil)-1,3-bis-(3-metilbutoxi)-diestanoxano,
 1,1,3,3-tetra-(n-octil)-1,3-di-(n-hexiloxi)-diestanoxano, y
 1,1,3,3-tetra-(n-octil)-1,3-bis-(2-etilbutoxi)-diestanoxano.
- 60 El término "dialcóxido de dialquilestaño" utilizado en la presente invención se refiere a un dialcóxido de dialquilestaño representado por la siguiente fórmula (2); una fórmula estructural representativa se muestra en la siguiente fórmula (2), pero el dialcóxido de dialquilestaño puede ser un monómero, un agregado, un multímero, o un polímero:



en la que R^7 y R^8 representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, R^9 y R^{10} representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, e y f son números enteros de 0 a 2 con $e + f = 2$, y g y h son números enteros de 0 a 2 con $g + h = 2$.

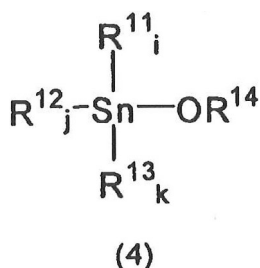
Los ejemplos de cada uno de R^7 y R^8 en el dialcóxido de dialquilestaño de fórmula (2) incluyen grupos alquilo siendo grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono y grupos cicloalquilo siendo grupos hidrocarbonados alicíclicos que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, propilo, butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros), 2-butenilo, ciclobutenilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, ciclopentilo, ciclopentadienilo y ciclohexenilo, y grupos aralquilo que tienen de 7 a 20 átomos de carbono, tales como bencilo y feniletilo. Además, el grupo alquilo puede contener un enlace de éter, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. Es particularmente preferente un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 8 átomos de carbono. Se puede utilizar un grupo que tiene más átomos de carbono que los anteriores, pero la fluidez puede empeorar, o puede verse afectada la productividad. R^7 y R^8 en la fórmula (2) pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes.

Cada uno de R^9 y R^{10} representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que comprende un arilo opcionalmente sustituido que tiene 6 a 19 átomos de carbono y un alquilo seleccionado del grupo que comprende alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. R^9 y R^{10} en la fórmula (2) pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes.

Los ejemplos de dicho dialcóxido de dialquilestaño incluyen compuestos de dialquil-dialcoxi-estaño y compuestos de dialquil-diaralquilo-estaño tales como dibutil-dimetoxi-estaño, dibutil-dietoxi-estaño, dibutil-dipropoxi-estaño (isómeros), dibutil-dibutoxi-estaño (isómeros), dibutil-dipentiloxi-estaño (isómeros), dibutil-dihexiloxi-estaño (isómeros), dibutil-diheptiloxi-estaño, dibutil-dibenciloxi-estaño, dioctil-dimetoxi-estaño, dioctil-dietoxi-estaño, dioctil-dipropoxi-estaño (isómeros), dioctil-dibutoxi-estaño (isómeros), dioctil-dipentiloxi-estaño (isómeros), dioctil-dihexiloxi-estaño (isómeros), dioctil-diheptiloxi-estaño (isómeros), y dioctil-dibenciloxi-estaño. Se puede seleccionar uno del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.

De los dialcóxidos de dialquilestaño representados por la fórmula (2), es preferente uno en el que cada uno de los grupos R^7 y R^8 se selecciona entre un grupo n-butilo y un grupo n-octilo, siendo ejemplos particularmente preferentes aquellos en los que cada uno de los grupos R^9 y R^{10} es un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. En el caso de que el número de átomos de carbono en el grupo R^9 o en el grupo R^{10} es bajo, la estabilidad y la fluidez para la transferencia puede empeorar, y, además, en el caso de tener un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo OR^9 u OR^{10} formado a partir del grupo R^9 o R^{10} , el compuesto puede no ser líquido, y por lo tanto es lo más preferente para este átomo de carbono adyacente que forme una estructura de grupo metileno (CH_2), siendo los ejemplos más preferentes aquellos en los que cada uno de los grupos R^9 y R^{10} es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. Los ejemplos más preferentes mencionados incluyen di-(n-butil)-di-(n-butoxi)-estaño, di-(n-butil)-di-(n-pentiloxi)-estaño, di-(n-butil)-bis-(3-metilbutoxi)-estaño, di-(n-butil)-di-(n-hexiloxi)-estaño, di-(n-butil)-bis-(2-etilbutoxi)-estaño, di-(n-octil)-di-(n-butoxi)-estaño, di-(n-octil)-di-(n-pentiloxi)-estaño, di-(n-octil)-di-(n-hexiloxi)-estaño, di-(n-octil)-bis-(3-metilbutoxi)-estaño, y di-(n-octil)-bis-(2-etilbutoxi)-estaño.

Como alcóxido de alquilestaño, también se puede utilizar en la presente invención un alcóxido de trialquilestaño representado por la siguiente fórmula (4):



(en la que R^{11} , R^{12} , y R^{13} representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, R^{14} representa un grupo alifático o un grupo aralquilo, e i , j y k son números enteros de 0 a 3 con $i + j + k = 3$).

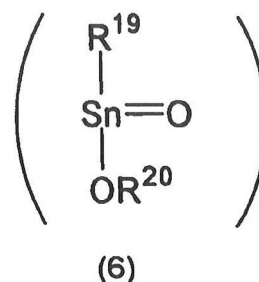
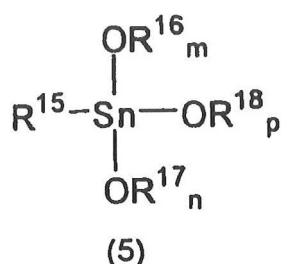
Los ejemplos de cada uno de R^{11} , R^{12} , y R^{13} en el alcóxido de trialquilestaño de fórmula (4) incluyen grupos alquilo siendo grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono y grupos cicloalquilo siendo grupos hidrocarbonados alicíclicos que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, propilo, butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros), 2-butenilo, ciclobutenilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, ciclopentilo, ciclopentadienilo y ciclohexenilo, y grupos aralquilo que tienen de 7 a 20 átomos de carbono, tales como bencilo y feniletilo. Además, el grupo alquilo puede contener un enlace de éter, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. Es particularmente preferente un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 8 átomos de carbono. Se puede utilizar un grupo que tiene más átomos de carbono que los anteriores, pero la fluidez puede empeorar, o puede verse afectada la productividad. R^{11} , R^{12} , y R^{13} en la fórmula (4) pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes.

R^{14} representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que comprende un anillo opcionalmente sustituido que tiene 6 a 19 átomos de carbono y un grupo alquilo seleccionado del grupo que comprende alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen 5 a 14 átomos de carbono, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a la anterior. Es preferente un grupo alquilo.

Los ejemplos de dicho alcóxido de trialquilestaño incluyen compuestos de trialquil-alcoxi-estaño y compuestos de trialquil-aralquilo-estaño tales como tributil-metoxi-estaño, tributil-etoxi-estaño, tributil-propoxi-estaño (isómeros), tributil-butoxi-estaño (isómeros), tributil-pentiloxi-estaño (isómeros), tributil-hexiloxi-estaño (isómeros), tributil-heptiloxi-estaño, tributil-benciloxi-estaño, trioctil-metoxi-estaño, trioctil-etoxi-estaño, trioctil-propoxi-estaño (isómeros), trioctil-butoxi-estaño (isómeros), trioctil-pentiloxi-estaño (isómeros), trioctil-hexiloxi-estaño (isómeros), trioctil-heptiloxi-estaño (isómeros), y trioctil-benciloxi-estaño. Se puede seleccionar uno del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.

De los alcóxidos de trialquilestaño representados por la fórmula (4), es preferente uno en el que cada uno de los grupos R^{11} , R^{12} , y R^{13} se selecciona entre un grupo n-butilo y un grupo n-octilo, siendo ejemplos particularmente preferentes aquellos en los que el grupo R^{14} es un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. En el caso de que el número de átomos de carbono en el grupo R^{14} es bajo, la estabilidad y fluidez para la transferencia puede empeorar, y, además, en el caso de tener un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo OR^{14} formado a partir del grupo R^{14} , puede que el compuesto no sea líquido, y por lo tanto es más preferente para este átomo de carbono adyacente que forme una estructura de grupo metileno (CH_2), los ejemplos más preferentes son aquellos en los que el grupo R^{14} es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. Los ejemplos más preferentes incluyen tri-(n-butil)-(n-butoxi)-estaño, tri-(n-butil)-(n-pentiloxi)-estaño, tri-(n-butil)-(3-metilbutoxi)-estaño, tri-(n-butil)-(n-hexiloxi)-estaño, tri-(n-butil)-(2-etilbutoxi)-estaño, tri-(n-octil)-(n-butoxi)-estaño, tri-(n-octil)-(n-pentiloxi)-estaño, tri-(n-octil)-(n-hexiloxi)-estaño, tri-(n-octil)-(3-metilbutoxi)-estaño, y tri-(n-octil)-(2-etilbutoxi)-estaño.

Como alcóxido de alquilestaño, también se puede utilizar en la presente invención un alcóxido de monoalquilestaño. Es difícil identificar la estructura de dicho alcóxido de monoalquilestaño, pero el alcóxido de monoalquilestaño se puede representar mediante por la siguiente fórmula (5) y/o fórmula (6);



(en la que R^{15} , y R^{19} representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, R^{16} , R^{17} , R^{18} , y R^{20} representan un grupo alifático o un grupo aralquilo, y m , n y p son números enteros de 0 a 3 con $m + n + p = 3$.)

Los ejemplos de R^{15} en el alcóxido de monoquilestaño representado por la fórmula (5) incluyen grupos alquilo siendo grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono y grupos cicloalquilo siendo grupos hidrocarbonados alicíclicos que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, propilo, butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros), 2-butenilo, ciclobutenilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, ciclopentilo, ciclopentadienilo y ciclohexenilo, y grupos aralquilo que tienen de 7 a 20 átomos de carbono, tales como bencilo y feniletilo. Además, el grupo alquilo puede contener un enlace de éter, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. Es particularmente preferente un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 8 átomos de carbono. Se puede utilizar un grupo que tiene más átomos de carbono que los anteriores, pero la fluidez puede empeorar, o puede verse afectada la productividad.

Cada uno de R^{16} , R^{17} , y R^{18} representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que comprende un aro opcionalmente sustituido que tiene 6 a 19 átomos de carbono y un grupo alquilo seleccionado del grupo que comprende alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen 5 a 14 átomos de carbono, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a la anterior. Es preferente un grupo alquilo.

Los ejemplos de dicho alcóxido de monoalquilestaño incluyen compuestos de alquil-tri-alcoxi-estaño y compuestos de alquil-tri-aralquilo-estaño tales como butil-trimetoxi-estaño, butil-tri-etoxi-estaño, butil-tripropoxi-estaño (isómeros), butil-tri-butoxi-estaño (isómeros), butil-tri-pentiloxi-estaño (isómeros), butil-tri-hexiloxi-estaño (isómeros), butil-tri-heptiloxi-estaño (isómeros), butil-tri-benciloxi-estaño, octil-tri-metoxi-estaño, octil-tri-etoxi-estaño, octil-tri-propoxi-estaño (isómeros), octil-tri-butoxi-estaño (isómeros), octil-tri-pentiloxi-estaño (isómeros), octil-tri-hexiloxi-estaño (isómeros), octil-tri-heptiloxi-estaño (isómeros), y octil-tri-benciloxi-estaño. Se puede seleccionar uno del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.

De los alcóxidos de monoalquilestaño representados por la fórmula (5), es preferente uno en el que el grupo R^{15} se selecciona entre un grupo *n*-butilo y un grupo *n*-octilo, ejemplos particularmente preferentes son aquellos en los que cada uno de los grupos R^{16} , R^{17} , y R^{18} es un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. En el caso que el número de átomos de carbono en el grupo R^{16} , el grupo R^{17} o el grupo R^{18} es bajo, la estabilidad y fluidez para la transferencia puede empeorar, y, además, en el caso de tener un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo OR^{16} , OR^{17} , u OR^{18} formado a partir del grupo R^{16} , R^{17} , y R^{18} , puede que el compuesto no sea líquido, y por lo tanto es más preferente para este átomo de carbono adyacente que forme una estructura de grupo metileno (CH_2), siendo los ejemplos más preferentes aquellos en los que cada uno de los grupos R^{16} , R^{17} , y R^{18} es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. Dichos ejemplos más preferentes incluyen (n-butil)-tri-(n-butoxi)-estaño, (n-butil)-tri-(n-pentiloxi)-estaño, (n-butil)-tris-(3-metilbutoxi)-estaño, (n-butil)-tri-(n-hexiloxi)-estaño, (n-butil)-tris-(2-etilbutoxi)-estaño, (n-octil)-tri-(n-butoxi)-estaño, (n-octil)-tri-(n-pentiloxi)-estaño, (n-octil)-tri-(n-hexiloxi)-estaño, (n-octil)-tris-(3-metilbutoxi)-estaño, y (n-octil)-tris-(2-etilbutoxi)-estaño.

Ejemplos de R^{19} en el alcóxido de monoalquilestaño representado por la fórmula (6) incluyen grupos alquilo siendo grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono y grupos cicloalquilo siendo grupos hidrocarbonados alicíclicos que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, propilo, butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros), 2-butenilo, ciclobutenilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, ciclopentilo, ciclopentadienilo y ciclohexenilo, y grupos aralquilo que tienen de 7 a 20 átomos de carbono, tales como bencilo y feniletilo. Además, el grupo alquilo puede contener un enlace de éter, o puede ser un grupo

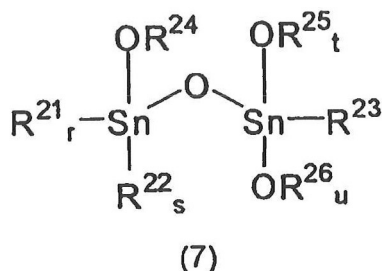
hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. Es particularmente preferente un grupo alquilo de cadena lineal o ramificado que tiene de 1 a 8 átomos de carbono. Se puede utilizar un grupo que tiene más átomos de carbono que los anteriores, pero la fluidez puede empeorar, o puede verse afectada la productividad.

R^{20} representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que comprende un arilo opcionalmente sustituido que tiene 6 a 19 átomos de carbono y un grupo alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilo que tienen de 5 a 14 átomos de carbono, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo.

Ejemplos de dichos alcóxido monoalquilestaño incluyen óxidos de alquil-alcoxi-estaño y óxidos de alquil-aralquilo-estaño, tales como óxido de butil-metoxi-estaño, óxido de butil-etoxi-estaño, óxido de butil-propoxi-estaño (isómeros), óxido de butil-butoxi-estaño (isómeros), óxido de butil-pentiloxi-estaño (isómeros), óxido de butil-hexiloxi-estaño (isómeros), óxido de butil-heptiloxi-estaño (isómeros), óxido de butil-benciloxi-estaño, óxido de octil-metoxi-estaño, óxido de octil-etoxi-estaño, óxido de octil-propoxi-óxidoestaño (isómeros), óxido de octil-butoxi-estaño (isómeros), óxido de octil-pentiloxi-estaño (isómeros), óxido de octil-hexiloxi-estaño (isómeros), óxido de octil-heptiloxi-estaño (isómeros), y óxido de octil-benciloxi-estaño. Se puede seleccionar uno del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.

De los alcóxidos monoalquilestaño representados por la fórmula (6), es preferente uno en el que se selecciona el grupo R^{19} de un grupo n-butilo y un grupo n-octilo, ejemplos particularmente preferentes son aquellos en los que el grupo R^{20} es un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. En el caso de que el número de átomos de carbono en el grupo R^{20} es bajo, la estabilidad y fluidez para la transferencia pueden empeorar, y, además, en el caso de tener un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo OR^{20} formado a partir del grupo R^{20} , puede que el compuesto no sea líquido, y por lo tanto es más preferente para este átomo de carbono adyacente que forme una estructura de grupo metileno (CH_2), los ejemplos más preferentes son aquellos en los que el grupo R^{20} es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. Dichos ejemplos más preferentes incluyen óxido de (n-butil)-(n-butoxi)-estaño, óxido de (n-butil)-(n-pentiloxi)-estaño, óxido de (n-butil)-(3-metilbutoxi)-estaño, óxido de (n-butil)-(n-hexiloxi)-estaño, óxido de (n-butil)-(2-etilbutoxi)-estaño, óxido de (n-octil)-(n-butoxi)-estaño, óxido de (n-octil)-(n-pentiloxi)-estaño, óxido de (n-octil)-(n-hexiloxi)-estaño, óxido de (n-octil)-(3-metilbutoxi)-estaño, y óxido de (n-octil)-(2-etilbutoxi)-estaño.

Como alcóxido de alquilestaño, también se puede utilizar en la presente invención un trialquil-trialcoxi-diestanoxano, tal como se muestra en la siguiente fórmula (7). El término "trialquil-trialcoxi-diestanoxano" utilizado en la presente invención se refiere a un trialquil-trialcoxi-diestanoxano representado por la fórmula siguiente (7); una fórmula representativa estructural se muestra en la siguiente fórmula (7), pero el trialquil-trialcoxi-diestanoxano puede ser un monómero, un agregado, un multímero, o un polímero;



en la que R^{21} , R^{22} , y R^{23} representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, R^{24} , R^{25} , y R^{26} representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, r y s son números enteros de 0 a 2 con $r + s = 2$, y t y u son números enteros de 0 a 2 con $t + u = 2$.

Ejemplos de cada uno de R^{21} , R^{22} , y R^{23} en el trialquil-trialcoxi-diestanoxano de fórmula (7) incluyen grupos alquilo siendo grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono y grupos cicloalquilo siendo grupos hidrocarbonados alicíclicos que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, propilo, butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros), 2-butenilo, ciclobutenilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, ciclopentilo, ciclopentadienilo y ciclohexenilo, y grupos aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono, tales como bencilo y feniletilo. Además, el grupo alquilo puede contener un enlace de éter, o puede ser un grupo

hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. Es particularmente preferente un grupo alquilo de cadena lineal o ramificado que tiene de 1 a 8 átomos de carbono. Se puede utilizar un grupo que tiene más átomos de carbono que lo anterior, pero la fluidez puede empeorar, o puede verse afectada la productividad. R^{21} , R^{22} , y R^{23} en la fórmula (7) pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes.

Cada uno de R^{24} , R^{25} , y R^{26} representan un grupo alifático de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que comprende un anillo opcionalmente sustituido que tiene 6 a 19 átomos de carbono y un grupo alquilo seleccionado del grupo que comprende alquilos de cadena lineal o ramificados que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno, tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. R^{24} , R^{25} , y R^{26} en la fórmula (7) pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes.

Ejemplos del trialquil-trialcoxi-diestanoxano representado por la fórmula (7) incluyen trialquil-trialcoxi-diestanoxanos y trialquil-triaralquiloxi-diestanoxanos tales como 1,1,3-tributil-1,3,3-trimetoxi-diestanoxano, 1,1,3-tributil-1,3,3-trietoxi-diestanoxano, 1,1,3-tributil-1,3,3-tripropoxi-diestanoxano (isómeros), 1,1,3-tributil-1,3,3-tributoxi-diestanoxano (isómeros), 1,1,3-tributil-1,3,3-tripentiloxi-diestanoxano (isómeros), 1,1,3-tributil-1,3,3-trihexiloxi-diestanoxano (isómeros), 1,1,3-tributil-1,3,3-triheptiloxi-diestanoxano, 1,1,3-tributil-1,3,3-tribenciloxi-diestanoxano, 1,1,3-trioctil-1,3,3-trimetoxi-diestanoxano, 1,1,3-trioctil-1,3,3-trietoxi-diestanoxano, 1,1,3-trioctil-1,3,3-tripropoxi-diestanoxano (isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3,3-tributoxi-diestanoxano (isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3,3-tripentiloxi-diestanoxano (isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3,3-trihexiloxi-diestanoxano (isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3,3-triheptiloxi-diestanoxano (isómeros), y 1,1,3-tributil-1,3,3-tribenciloxi-diestanoxano.

Se puede seleccionar uno del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.

De los trialquil-trialcoxi-diestanoxanos representados por la fórmula (7), es preferente uno en el que cada uno de los grupos R^{21} , R^{22} , y R^{23} se selecciona entre un grupo n-butilo y un grupo n-octilo, ejemplos particularmente preferentes son aquéllos en los que cada uno de los grupos R^{24} , R^{25} , y R^{26} es un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. En el caso de que el número de átomos de carbono en el grupo R^{24} , el grupo R^{25} , o el grupo R^{26} es bajo, la estabilidad y fluidez para la transferencia puede empeorar, y en el caso de tener un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo OR^{24} , OR^{25} , u OR^{26} formado a partir del grupo R^{24} , R^{25} , o R^{26} , puede que el compuesto no sea líquido, y por lo tanto es lo más preferente para este átomo de carbono adyacente que forme una estructura metileno (CH_2), siendo los ejemplos más preferentes aquellos en los que cada uno de los grupos R^{24} , R^{25} , y R^{26} es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. Dichos ejemplos más preferentes incluyen 1,1,3-tri-(n-butil)-1,3,3-tri-(n-butoxi)-diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-butil)-1,3,3-tri-(n-pentiloxi)-diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-butil)-1,3,3-tris-(3-metilbutoxi)-diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-butil)-1,3,3-tri-(n-hexiloxi)-diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-butil)-1,3,3-tris-(2-etilbutoxi)-diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-octil)-1,3,3-tri-(n-butoxi)-diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-octil)-1,3,3-tri-(n-pentiloxi)-diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-octil)-1,3,3-tris-(3-metilbutoxi)-diestanoxano, 1,1,3-tri-(n-octil)-1,3,3-tri-(n-hexiloxi)-diestanoxano, y 1,1,3-tri-(n-octil)-1,3,3-tris-(2-etilbutoxi)-diestanoxano.

Puede haber una mezcla de dichos alcóxidos de alquilestaño, o uno solo, y, además, dichos alcóxidos de alquilestaño pueden coordinarse o agregarse. Dichos alcóxidos de alquilestaño fácilmente intercambian ligandos, y pueden haber alcóxidos de alquilestaño que tienen una estructura que es difícil de identificar, o que se coordinan o se agregan de otra manera a las descritas anteriormente. Cabe señalar que los alcóxidos de alquilestaño que se basan en la estipulación anterior de grupos alquilo y grupos alcoxi pero que simplemente no se pueden identificar por las técnicas analíticas actuales también pueden ser utilizados en la presente invención.

A continuación, se describirá el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño utilizado en la presente

invención.

El término "complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño" utilizado en la presente invención se refiere a un complejo de dióxido de carbono específico de un alcóxido de alquilestaño. Los rasgos característicos de este complejo de dióxido de carbono específico del alcóxido de alquilestaño son que contiene, como mínimo, un átomo de estaño tetravalente en la molécula del mismo, en el que como los enlaces a cada átomo de estaño la valencia se cuenta por enlaces estaño-alquilo, enlaces estaño-carbonato, y enlaces estaño-oxígeno (incluyendo enlaces estaño-alcoxi), con la existencia de, como mínimo, un enlace estaño-alquilo y, como mínimo, un enlace estaño-carbonato en la molécula. Cabe señalar, sin embargo, que también puede haber coordinación de otras moléculas a un átomo de estaño desde fuera de la molécula, siempre y cuando el objetivo de la presente invención no se vea afectado. Ejemplos de dicha coordinación de fuera de la molécula incluyen la asociación a través de la coordinación de donantes con un alcohol o entre alcóxidos de alquilestaño o complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño, y la coordinación de dióxido de carbono, aunque no existe limitación a los mismos.

El grupo alquilo que forma cada uno de los enlaces estaño-alquilo anteriores indica un grupo alifático o aralquilo. Ejemplos de los mismos incluyen grupos alquilo siendo grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono y grupos cicloalquilo siendo grupos hidrocarbonados alicíclicos que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, propilo, butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros), 2-butenilo, ciclobutenilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, ciclopentilo, ciclopentadienilo y ciclohexenilo, y grupos aralquilo que tienen de 7 a 20 átomos de carbono, tales como bencilo y feniletilo. Además, el grupo alquilo puede contener un enlace de éter, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. En el caso de que haya una pluralidad de grupos alquilo unidos a un átomo de estaño, los grupos alquilo pueden ser iguales entre sí, o en algunos casos pueden ser diferente. De los grupos alquilo anteriores, es preferente uno seleccionado entre un grupo n-butilo y un grupo n-octilo.

Un grupo alquilo que forma un grupo alcoxi (un grupo que comprende un enlace oxígeno-alquilo) que forma cada uno de los enlaces de estaño-alcoxi entre los enlaces estaño-oxígeno anteriores indica un grupo alifático o aralquilo. Ejemplos de los mismos incluyen grupos alifáticos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 12 átomos de carbono, grupos cicloalquilo que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, grupos alqueno de cadena lineal o ramificada que tienen de 2 a 12 átomos de carbono, y grupos aralquilo que tienen de 7 a 20 carbonos átomos que comprenden un arilo opcionalmente sustituido que tiene 6 a 19 átomos de carbono y un grupo alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono, o el grupo alquilo puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. Es particularmente preferente un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. En el caso de que el número de átomos de carbono es bajo, la estabilidad y fluidez para la transferencia puede empeorar, y en el caso de tener un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo alcoxi, el compuesto puede no ser líquido, y por lo tanto es más preferente para este átomo de carbono adyacente que forme una estructura de grupo metileno (CH_2), siendo los ejemplos más preferentes del grupo alquilo que forma el grupo alcoxi los grupos alquilo que tienen de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. En el caso de que haya una pluralidad de grupos alcoxi unidos a un átomo de estaño, los grupos alcoxi pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes.

Los enlaces estaño-oxígeno diferentes a los enlaces estaño-alcoxi pueden ser cualquier enlace siempre que éstos sean enlaces que no afectan el objetivo de la presente invención. Dichos enlaces preferentes son enlaces estaño-oxígeno que forman un enlace estaño-oxígeno-estaño.

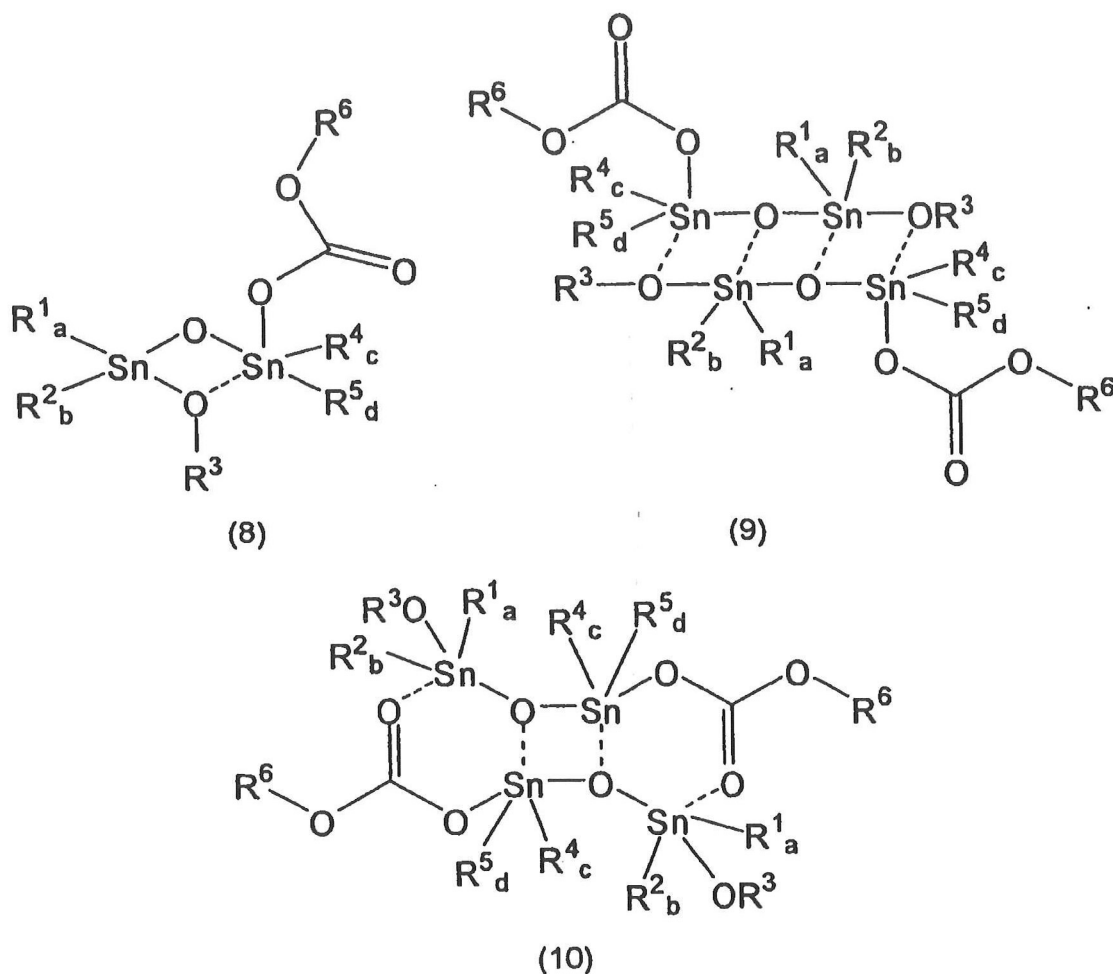
Un enlace estaño-carbonato, tal como se describe anteriormente, es un enlace que caracteriza el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño utilizado en la presente invención. Cada uno de dichos enlaces estaño-carbonato en los que se inserta una molécula de dióxido de carbono (CO_2) entre el átomo de estaño de un enlace estaño-alcoxi, tal como se ha descrito anteriormente (es decir, un enlace Sn-OR) y el grupo alcoxi. Es decir, cada enlace estaño-carbonato es un enlace caracterizado como Sn-O-CO-OR . La existencia de dicho enlace se puede confirmar por una combinación de métodos públicamente conocidos, tales como $^{119}\text{Sn-RMN}$, $^{13}\text{C-RMN}$, $^1\text{H-RMN}$, y análisis de estructura de rayos X.

La mezcla, según la presente invención, es una mezcla caracterizada porque contiene dicho complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño. El complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño preferente tiene una estructura en la que algunas o todas las partes de grupo alcoxi de un alcóxido de alquilestaño que se pueden utilizar en la presente invención, tal como se describió anteriormente, están sustituidas (o cambiadas) con enlaces de carbonato, tal como se describió anteriormente.

El complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño utilizado en la presente invención se describe con

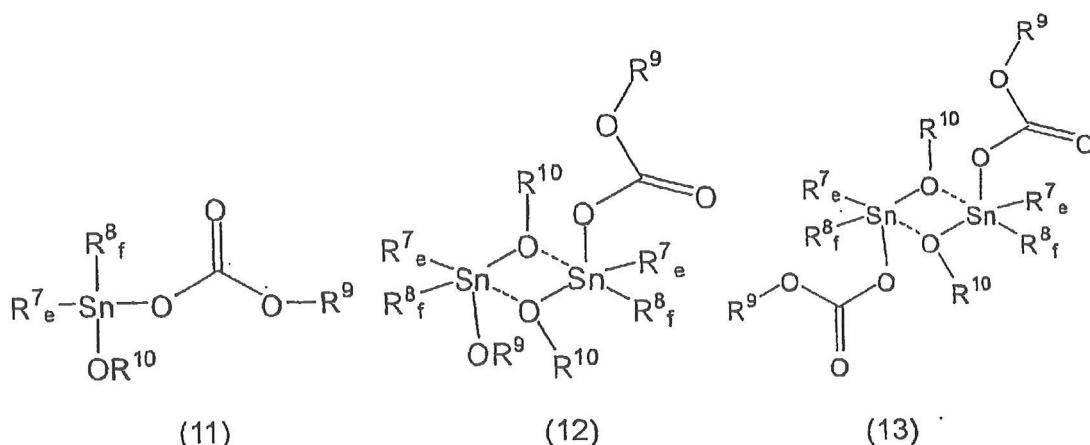
más detalle a continuación, mediante ejemplos. Dicho complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestano preferente tiene una estructura en la que algunas o todas las partes de grupo alcoxi de un alcóxido de alquilestano que se pueden utilizar en la presente invención, tal como se describió anteriormente, están sustituidas (o cambiadas) con enlaces de carbonato, tal como se describió anteriormente. El complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestano, por lo tanto, se describirá en correspondencia con los alcóxidos de alquilestano descritos anteriormente. Cabe señalar que si bien la existencia de enlaces en el complejo de dióxido de carbono se puede confirmar mediante métodos analíticos, tal como se describió anteriormente, la estructura del complejo de dióxido de carbono es complicada, y en algunos casos no se puede identificar por las técnicas analíticas actuales; el complejo de dióxido de carbono en la presente invención no está limitado a tener una estructura como en los siguientes ejemplos.

Como ejemplos de complejo de dióxido de carbono correspondientes a un tetraalquildialcoxidiestanoxano representado por la fórmula (1), las fórmulas estructurales representativas se muestran en las siguientes fórmulas (8), (9) y (10), aunque el complejo de dióxido de carbono puede ser un monómero, un agregado, un multímero, o un polímero;



en las que R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , y R^6 representan de forma independiente, respectivamente, R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , y R^6 tal como se define en la fórmula (1) anterior, y a, b, c, y d representan respectivamente a, b, c, y d tal como se define en la fórmula (1).

Como ejemplos de complejo de dióxido de carbono correspondiente a un dialcóxico de dialquilestano representado por la fórmula (2) anterior, las fórmulas estructurales representativas se muestran en las siguientes fórmulas (11), (12), y (13), aunque el complejo de dióxido de carbono puede ser un monómero, un agregado, un multímero, o un polímero;



en las que R^7 , R^8 , R^9 , y R^{10} respectivamente representan de forma independiente R^7 , R^8 , R^9 , y R^{10} tal como se define en la fórmula (2) anterior, y e y f representan respectivamente e y f tal como se define en la fórmula (2).

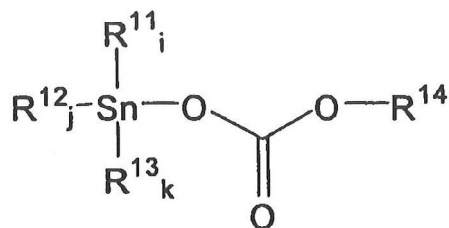
Ejemplos de R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , y R^{10} en la materia enlazada representada por las fórmulas (8) a (13) anteriores son tal como se describió anteriormente, los ejemplos de complejo de dióxido de carbono incluyendo compuestos de alcoxi-alkilcarbonato-dialquil-estaño y compuestos de aralkiloxi-aralkilcarbonato-dialquil-estaño tales como metoxi-metilcarbonato-dibutil-estaño, etoxi-etilcarbonato-dibutil-estaño, propoxi-propilcarbonato-dibutil-estaño (isómeros), butoxi-butilcarbonato-dibutil-estaño (isómeros), pentiloxi-pentilcarbonato-dibutil-estaño (isómeros), hexiloxi-hexilcarbonato-dibutil-estaño (isómeros), heptiloxi-heptilcarbonato-dibutil-estaño (isómeros), benciloxi-bencilcarbonato-dibutil-estaño, metoxi-metilcarbonato-dioctil-estaño, etoxi-etilcarbonato-dioctil-estaño, propoxi-propilcarbonato-dioctil-estaño (isómeros), butoxi-butilcarbonato-dioctil-estaño (isómeros), pentiloxi-pentilcarbonato-dioctil-estaño (isómeros), hexiloxi-hexilcarbonato-dioctil-estaño (isómeros), heptiloxi-heptilcarbonato-dioctil-estaño (isómeros) y benciloxi-bencilcarbonato-dioctil-estaño, y 1-alcoxi-3-alkilcarbonato-1,1,3,3-tetraalquil-distannoxanes y 1-aralkiloxi-3-aralkilcarbonato-1,1,3,3-tetraalquil-distannoxanos 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 (isómeros), 1-butoxi-3-butilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil-diestanoxano (isómeros), 1-pentiloxi-3-pentilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil-diestanoxano (isómeros), 1-hexiloxi-3-hexilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil-diestanoxano (isómeros), 1-heptiloxi-3-heptilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil-diestanoxano (isómeros), 1-benciloxi-3-bencilcarbonato-1,1,3,3-tetrabutil-diestanoxano, 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 (isómeros), 1-butoxi-3-butilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil-diestanoxano (isómeros), 1-pentiloxi-3-pentilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil-diestanoxano (isómeros), 1-hexiloxi-3-hexilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil-diestanoxano (isómeros), 1-heptiloxi-3-heptilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil-diestanoxano (isómeros), y 1-benciloxi-3-bencilcarbonato-1,1,3,3-tetraoctil-diestanoxano. Se puede seleccionar uno del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.

Del complejo de dióxido de carbono representado por las fórmulas (8) a (13), es preferente la materia en la que cada uno del grupo R^1 , el grupo R^2 , el grupo R^4 , el grupo R^5 , el grupo R^7 , y el grupo R^8 se selecciona entre un grupo n-butilo y un grupo n-octilo, siendo ejemplos particularmente preferentes aquellos en los que cada uno del grupo R^3 , el grupo R^6 , el grupo R^9 , y el grupo R^{10} es un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. En el caso de que el número de átomos de carbono en el grupo R^3 , el grupo R^6 , el grupo R^9 , o el grupo R^{10} es bajo, la estabilidad y fluidez para la transferencia puede empeorar, y en el caso de tener un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo OR^3 , OR^6 , OR^9 , u OR^{10} formados a partir del grupo R^3 , R^6 , R^9 , o R^{10} , el compuesto puede no ser líquido, y por lo tanto es más preferente para este átomo de carbono adyacente que forme una estructura de grupo metileno (CH_2), siendo los ejemplos más preferentes aquellos en los que cada uno del grupo R^3 , el grupo R^6 , el grupo R^9 , y el grupo R^{10} es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. Dichos ejemplos más preferentes incluyen (n-butoxi)-(n-butilcarbonato)-di-n-butil-estaño, (3-metilbutoxi)-(3-metilbutilcarbonato)-di-n-butil-estaño, (n-pentiloxi)-(n-pentilcarbonato)-di-n-butil-estaño, (n-hexiloxi)-(n-hexilcarbonato)-di-n-butil-estaño, (2-etilbutoxi)-(2-etilbutilcarbonato)-di-n-butil-estaño, (n-heptiloxi)-(n-heptilcarbonato)-di-n-butil-estaño, (n-butoxi)-(n-butil)-di-n-octil-estaño, (3-metoxibutoxi)-(3-metilbutilcarbonato)-di-n-octil-estaño, (n-pentiloxi)-(n-pentilcarbonato)-di-n-octil-estaño, (n-hexiloxi)-(n-hexilcarbonato)-di-n-octil-estaño, (2-etilbutoxi)-(2-etilbutilcarbonato)-di-n-octil-estaño, (n-heptiloxi)-(n-heptilcarbonato)-di-n-octil-estaño, 1-(n-butoxi)-3-(n-butilcarbonato)-1,1,3,3-tetra-n-butil-diestanoxano, 1-(3-metilbutoxi)-3-(3-metilbutilcarbonato)-1,1,3,3-tetra-n-butil-diestanoxano,

1-(n-pentiloxi)-3-(n-pentilcarbonato)-1,1,3,3-tetra-n-butil-diestanoxano,
 1-(n-hexiloxi)-3-(n-hexilcarbonato)-1,1,3,3-tetra-n-butil-diestanoxano,
 1-(2-etilbutoxi)-3-(2-etilbutilcarbonato)-1,1,3,3-tetra-n-butil-diestanoxano,
 1-(n-butoxi)-3-(n-butilcarbonato)-1,1,3,3-tetra-n-octil-diestanoxano,
 1-(3-metilbutoxi)-3-(3-metilbutilcarbonato)-1,1,3,3-tetra-n-octil-diestanoxano,
 1-(n-pentiloxi)-3-(n-pentilcarbonato)-1,1,3,3-tetra-n-octil-diestanoxano,
 1-(n-hexiloxi)-3-(n-hexilcarbonato)-1,1,3,3-tetra-n-octil-diestanoxano, y
 1-(2-etilbutoxi)-3-(2-etilbutilcarbonato)-1,1,3,3-tetra-n-octil-diestanoxano. Estos pueden estar en forma de monómero o agregado.

Ejemplos preferentes del complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño en la presente invención son el complejo de dióxido de carbono de un dialcóxido de dialquilestaño tal como se describió anteriormente y el complejo de dióxido de carbono de un tetraalquildialcoxidiestanoxano tal como se describió anteriormente, aunque el complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño también puede contener el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño representado por cualquiera de las fórmulas (4) a (7) anteriores.

Un ejemplo del complejo de dióxido de carbono del alcóxido de trialquilestaño representado por la fórmula (4) se representa mediante la fórmula (14) siguiente;



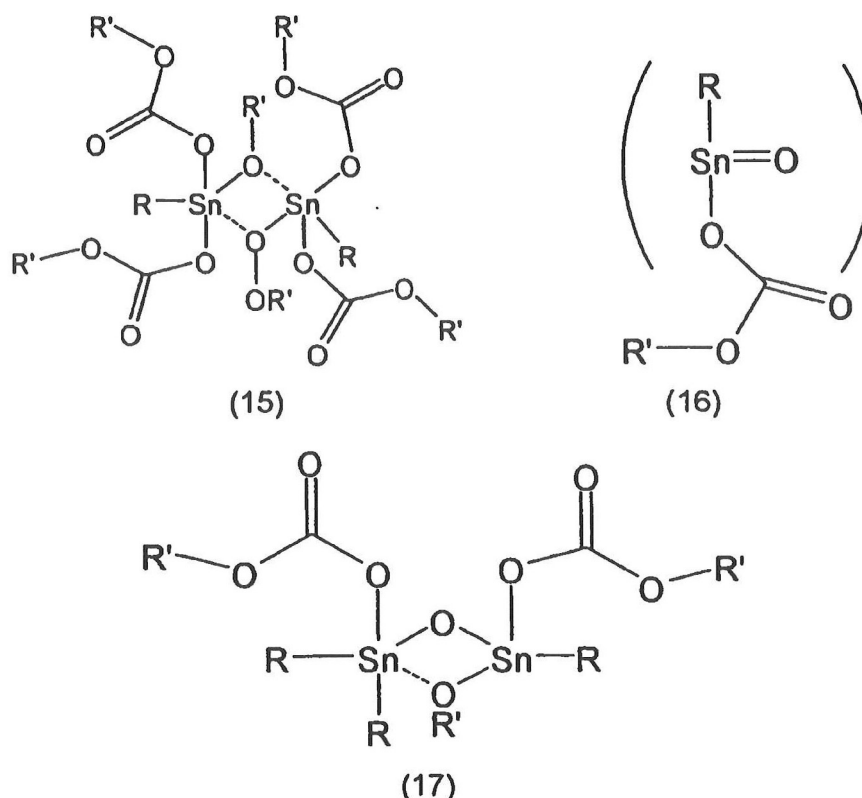
(14)

en la que R^{11} , R^{12} , R^{13} , y R^{14} representan, respectivamente, R^{11} , R^{12} , R^{13} , y R^{14} tal como se definieron en la fórmula (4) anterior, e i, j, y k representan, respectivamente, i, j, y k tal como se definieron en la fórmula (4).

Ejemplos de R^{11} , R^{12} , R^{13} , y R^{14} en la materia enlazada representada por la fórmula (14) anterior son tal como se describieron anteriormente, ejemplos de complejo de dióxido de carbono, incluyendo compuestos de trialquil-alquilcarbonato-estaño y compuestos de trialquil-aralquilcarbonato-estaño tales como el tributil-metilcarbonato-estaño, tributil-etilcarbonato-estaño, tributil-propilcarbonato-estaño (isómeros), tributil-butilcarbonato-estaño (isómeros), tributil-pentilcarbonato-estaño (isómeros), tributil-hexilcarbonato-estaño (isómeros), tributil-heptilcarbonato-estaño, tributil-bencilcarbonato-estaño, trioctil-metilcarbonato-estaño, trioctil-etilcarbonato-estaño, trioctil-propilcarbonato-estaño (isómeros), trioctil-butilcarbonato-estaño (isómeros), trioctil-pentilcarbonato-estaño (isómeros), trioctil-hexilcarbonato-estaño (isómeros), trioctil-heptilcarbonato-estaño (isómeros), y trioctil-bencilcarbonato-estaño. Se puede seleccionar uno del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.

Del complejo de dióxido de carbono del alcóxido de trialquilestaño representado por la fórmula (14), es preferente la materia en la que cada uno del grupo R^{11} , el grupo R^{12} , y el grupo R^{13} se selecciona entre un grupo n-butilo y un grupo n-octilo, siendo ejemplos particularmente preferentes aquellos en los que el grupo R^{14} es un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. En el caso de que el número de átomos de carbono en el grupo R^{14} es bajo, la estabilidad y fluidez para la transferencia pueden empeorar, y en el caso de tener un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo OR^{14} formado a partir del grupo R^{14} , puede que el compuesto no sea líquido, y por lo tanto lo más preferente para este átomo de carbono adyacente es que forme una estructura de grupo metileno (CH_2), siendo los ejemplos más preferentes aquellos en los que el grupo R^{14} es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. Dichos ejemplos más preferentes incluyen tri-(n-butil)-(n-butilcarbonato)-estaño, tri-(n-butil)-(n-pentilcarbonato)-estaño, tri-(n-butil)-(3-metilbutilcarbonato)-estaño, tri-(n-butil)-(n-hexilcarbonato)-estaño, tri-(n-butil)-(2-etilbutilcarbonato)-estaño, tri-(n-octil)-(n-butilcarbonato)-estaño, tri-(n-octil)-(n-pentilcarbonato)-estaño, tri-(n-octil)-(3-metilbutilcarbonato)-estaño, y tri-(n-octil)-(2-etilbutilcarbonato)-estaño.

El complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de monoalquilestaño representado por la fórmula (5) y/o (6), o complejo de dióxido de carbono de un trialquil-trialcoxi-diestanoxano representado por la fórmula (7) también pueden estar contenidos en la mezcla de la presente invención, ejemplos de las estructuras de los mismos están representados por las siguientes fórmulas (15), (16), y (17). Dicho complejo de dióxido de carbono de un compuesto representado por las fórmulas (5), (6), o (7) puede adoptar cualquiera de diferentes estructuras, sin que exista limitación a las siguientes fórmulas (15), (16), y (17) ;



5

en las que R y R' en las fórmulas anteriores representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo.

Ejemplos de dicho alcóxido de monoalquilestano incluyen compuestos de alquil-alcoxi-di-alquilcarbonato-estano y compuestos de alquil-aralquilo-di-alquilcarbonato-estano tales como butil-metoxi-di-metilcarbonato-estano, butil-etoxi-di-etilcarbonato-estano, butil-propiloxi-di-propilcarbonato-estano (isómeros), butil-butoxi-di-butilcarbonato-estano (isómeros), butil-pentiloxi-di-pentilcarbonato-estano (isómeros), butil-hexiloxi-di-hexilcarbonato-estano (isómeros), butil-heptiloxi-di-heptilcarbonato-estano (isómeros), butil-benciloxi-di-bencilcarbonato-estano, octil-metoxi-di-metilcarbonato-estano, octil-etoxi-di-etilcarbonato-estano, octil-propoxi-di-propilcarbonato-estano (isómeros), octil-butoxi-di-butilcarbonato-estano (isómeros), octil-pentiloxi-di-pentilcarbonato-estano (isómeros), octil-hexiloxi-di-hexilcarbonato-estano (isómeros), octil-heptiloxi-di-heptilcarbonato-estano (isómeros), y octil-benciloxi-di-bencilcarbonato-estano, óxidos de alquil-alquilcarbonato-estano y óxidos de alquil-aralquilcarbonato-estano tales como óxido de butil-metilcarbonato-estano, óxido de butil-etilcarbonato-estano, óxido de butil-propilcarbonato-estano (isómeros), óxido de butil-butilcarbonato-estano (isómeros), óxido de butil-pentilcarbonato-estano (isómeros), óxido de butil-hexilcarbonato-estano (isómeros), óxido de butil-heptilcarbonato-estano (isómeros), óxido de butil-bencilcarbonato-estano, óxido de octil-metilcarbonato-estano, óxido de octil-etilcarbonato-estano, óxido de octil-propilcarbonato-estano (isómeros), óxido de octil-butilcarbonato-estano (isómeros), óxido de octil-pentilcarbonato-estano (isómeros), óxido de octil-hexilcarbonato-estano (isómeros), óxido de octil-heptilcarbonato-estano (isómeros), y óxido de octil-bencilcarbonato-estano, y trialquil-di-alquilcarbonato-alcoxi-diastanoxanos y trialquil-diaralquilcarbonato-aralquilo-diastanoxanos tales como 1,1,3-tributil-1,3-di-metilcarbonato-3-metoxi-diastanoxano, 1,1,3-tributil-1,3-di-etilcarbonato-3-etoxi-diastanoxano, 1,1,3-tributil-1,3-di-propilcarbonato-3-propoxi-diastanoxano (isómeros), 1,1,3-tributil-1,3-di-butilcarbonato-3-butoxi-diastanoxano (isómeros), 1,1,3-tributil-1,3-di-pentilcarbonato-3-pentiloxi-diastanoxano (isómeros), 1,1,3-tributil-1,3-di-hexilcarbonato-3-hexiloxi-diastanoxano (isómeros), 1,1,3-tributil-1,3-di-heptilcarbonato-3-heptiloxi-diastanoxano (isómeros), 1,1,3-tributil-1,3-di-bencilcarbonato-3-benciloxi-diastanoxano, 1,1,3-trioctil-1,3-di-metilcarbonato-3-metoxi-diastanoxano, 1,1,3-trioctil-1,3-di-etilcarbonato-3-etoxi-diastanoxano, 1,1,3-trioctil-1,3-di-propilcarbonato-3-propoxi-diastanoxano (isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3-di-butilcarbonato-3-butoxi-diastanoxano (isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3-di-pentilcarbonato-3-pentiloxi-diastanoxano (isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3-di-hexilcarbonato-3-hexiloxi-diastanoxano (isómeros), 1,1,3-trioctil-1,3-di-heptilcarbonato-3-heptiloxi-diastanoxano (isómeros), y 1,1,3-trioctil-1,3-di-bencilcarbonato-3-benciloxi-diastanoxano. Se puede seleccionar uno del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.

40

Los ejemplos más preferentes incluyen (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)-estaño, óxido de (n-butil)-(n-pentilcarbonato)-estaño, óxido de (n-butil)-(n-hexilcarbonato)-estaño, óxido de (n-butil)-(2-etilbutilcarbonato)-estaño, óxido de (n-octil)-(n-butilcarbonato)-estaño, óxido de (n-octil)-(n-pentilcarbonato)-estaño, óxido de (n-octil)-(n-hexilcarbonato)-estaño, óxido de (n-octil)-(3-metilbutilcarbonato)-estaño, óxido de (n-octil)-(2-etilbutilcarbonato)-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, 15 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, 20 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.

Puede existir una mezcla de dichos tipos de complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño, o de un solo tipo y, además, los tipos de complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño se pueden coordinar o 25 agregarse entre sí. Dichos alcóxidos de alquilestaño intercambian fácilmente ligandos, y puede existir un complejo dióxido de carbono alcóxido de alquilestaño que tiene una estructura que es difícil de identificar, o que se coordina o se agrega de forma diferente a la descrita anteriormente. Cabe señalar que el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño basado en la estipulación anterior de grupos alquilo, grupos alcoxi y enlaces de carbonato, pero que simplemente no se puede identificar mediante las técnicas analíticas actuales también pueden ser 30 utilizados en la presente invención. Los compuestos, tal como los descritos anteriormente, se pueden utilizar como alcóxidos de alquilestaño y el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla de la presente invención, como mínimo, del 20% molar, más preferentemente, como mínimo, del 50% molar, de los alcóxidos de alquilestaño contenidos en la mezcla preferentemente son alcóxidos de alquilestaño representados por la fórmula química (1) y/o fórmula química (2). Por otra parte, en la mezcla del complejo de dióxido de carbono del 35 alcóxido de alquilestaño, el contenido de complejo de dióxido de carbono seleccionado de las fórmulas químicas (8) a (13) es preferentemente, como mínimo, del 20% molar, más preferentemente, como mínimo, del 50% molar.

La mezcla, según la presente invención, comprende:

40 una mezcla para la transferencia de dióxido de carbono que comprende una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene un alcóxido de alquilestaño y un complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño, y dióxido de carbono; en la que siendo Z el número de moles de los átomos de estaño en el alcóxido de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla, 45 siendo (CO₂) el dióxido de carbono incorporado en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y el dióxido de carbono contenido en la mezcla, y siendo (OR) los grupos contenidos en la mezcla, en la que O en cada uno de los grupos OR representa un átomo de oxígeno, y R representa un grupo alifático o un grupo aralquilo, siendo (i) R de un grupo OR que forma un enlace estaño-OR y/o (ii) R de un grupo OR que forma un enlace -O-(CO)-OR en el complejo de dióxido de carbono del 50 alcóxido de alquilestaño, en una relación Z:(CO₂)_x:(OR)_y, una proporción molar representada por x está en el intervalo de 0,1 a 2, y una proporción molar representada por y está en un intervalo de 0,5 a 2.

Se ha conocido la existencia del complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño anteriormente, pero 55 dado que dicha materia es inestable a temperatura ambiente (véase, por ejemplo, J. Am. Chem. Soc., 121 (1999), 3793-3794), no se ha considerado transferir el complejo de dióxido de carbono con el objetivo de utilizar el dióxido de carbono. Existe un ejemplo en el que un líquido de reacción que contiene óxido de dibutilestaño, carbonato de dimetilo y dióxido de carbono se ha transferido utilizando una conducción de transferencia (véase, por ejemplo, Patente Japonesa Núm. 3385359), pero se afirmó que el líquido de reacción se transfirió en presencia de un gran 60 exceso de dióxido de carbono (es decir, con x mucho mayor que 2) con el fin de evitar la hidrólisis o similar del alcóxido de alquilestaño inestable (aunque no se afirma claramente, se supone que en las condiciones indicadas el óxido de dibutilestaño se encuentra en forma de complejo de dióxido de carbono), y que es preferente llevar a cabo la transferencia a una presión tan alta como sea posible. Además, en el caso de este ejemplo, el líquido de reacción debería ser considerado que no ha sido transferido mucho, sino que circula a través del reactor.

65 Los presentes inventores llevaron a cabo extensos estudios, y como resultado consiguieron la presente invención al

descubrir que para una mezcla que comprende dióxido de carbono y una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene el complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño específico, siendo Z el número de moles de los átomos de estaño en el alcóxido de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla, siendo (CO_2) el dióxido de carbono incorporado en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y el dióxido de carbono contenido en la mezcla, y siendo (OR) los grupos contenidos en la mezcla, en la que O en cada uno de los grupos OR representa un átomo de oxígeno, y R representa un grupo alifático o un grupo aralquilo, siendo (i) R de un grupo OR que forma un enlace estaño-OR y/o (ii) R de un grupo OR que forma un enlace $-\text{O}(\text{CO})-\text{OR}$ en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, en el caso de que x e y en la relación $\text{Z}:(\text{CO}_2)_x:(\text{OR})_y$ se encuentran en intervalos específicos, entonces, sorprendentemente, la mezcla es muy estable y, por lo tanto adecuada para el funcionamiento práctico de la transferencia. En dependencia de los valores de x e y, si x es menor que 0,1, entonces la mezcla existe de forma estable, pero cuando el dióxido de carbono gaseoso se elimina de los enlaces carbonato contenidos en la mezcla y se utiliza (el procedimiento de eliminar el dióxido de carbono gaseoso de los enlaces carbonato se describirá más adelante), puede ser necesaria mucha energía, mientras que si x es mayor que 2, entonces la mezcla puede llegar a ser inestable y se puede producir la formación de espuma, y por lo tanto, la mezcla puede ser difícil de utilizar para la transferencia. Un intervalo preferente de x es, por lo tanto, de 0,1 a 2, y teniendo en cuenta la estabilidad de la transferencia, es más preferentemente de 0,1 a 1,5, mientras que también teniendo en cuenta el objetivo de eliminar y volver a utilizar el dióxido de carbono gaseoso, es más preferentemente de 0,5 a 1,5. El valor de y depende del valor de x, pero si el valor de y es menor que 0,5, entonces la cantidad de dióxido de carbono que se puede transferir utilizando la mezcla (es decir, el número de grupos carbonato) disminuye inevitablemente, y, por lo tanto, la cantidad de dióxido de carbono que se puede utilizar en relación con la energía para la transferencia disminuye, y, por lo tanto, la mezcla no es adecuada para la transferencia. Además, si el valor de y es mayor que 2, entonces la fluidez de la mezcla se vuelve muy mala, y, por lo tanto, puede no ser posible la transferencia. Un intervalo preferente para y es, por lo tanto, de 0,5 a 2, y teniendo en cuenta la fluidez para la transferencia, es más preferentemente de 0,5 a 1,5.

El método de determinación de Z, x, e y para la mezcla, según la presente invención, se describe a continuación. La determinación de Z, x, e y se basa en métodos de análisis que se podrían llevar a cabo en el momento de la realización de la presente invención, y se puede llevar a cabo utilizando otro método conocido públicamente, o utilizando un método más preciso.

Para la mezcla que comprende dióxido de carbono y una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene el complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño, el número de moles Z de átomos de estaño en el alcóxido de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla se puede determinar mediante un método tal como ^{119}Sn -RMN. El método de análisis de alcóxido de alquilestaño es un método de análisis de alcóxido de alquilestaño de conocimiento público (véase, por ejemplo, la patente de EE.UU. Núm. 5.545.600). Cabe señalar, sin embargo, que el desplazamiento de ^{119}Sn -RMN para una estructura de dialcóxido de dialquilestaño representado por la fórmula (2) o similar varía en gran medida dependiendo de la concentración del dialcóxido de dialquilestaño representado por la fórmula (2) en la muestra y la presencia de un alcohol o similar, y, por lo tanto, es preferente llevar a cabo la determinación utilizando ^{119}Sn -RMN junto con ^1H -RMN y ^{13}C -RMN. Como ejemplo, los valores de desplazamiento de ^{119}Sn -RMN para una estructura de alcóxido de alquilestaño representado por la fórmula (2) sintetizado utilizando 2-etil-1-hexanol como reactivo y óxido de dibutilestaño como material de partida se muestran en la Tabla 1.

TABLA 1
CONCENTRACIÓN DE LÍQUIDO Y DESPLAZAMIENTO DE ^{119}Sn -RMN DEL COMPUESTO ORGANOMETÁLICO REPRESENTADO POR LA FÓRMULA (16) QUE TIENE GRUPO 2-ETIL-1-HEXILOXI

DATOS DE ^{119}Sn -RMN	
% en peso	δ ppm
48,0	-64,2
20,5	-19,1
11,2	-6,6
3,4	2,7

NOTAS:
EL DESPLAZAMIENTO (δ) ES EL VALOR BASADO EN TETRAMETILESTAÑO (SnMe_4)
LA CONCENTRACIÓN ES LA CONCENTRACIÓN EN PESO (% en peso) EN CLOROFORMO DEUTERADO (CDCl_3)

De manera similar, se pueden analizar otros alcóxidos de alquilestaño y complejos de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño utilizando el método tal como se describió anteriormente. Z se puede determinar a partir del valor determinado por este método, y el peso molecular del alcóxido de alquilestaño o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño. Debe ser evidente para una persona experta en la técnica que el valor de y también se puede determinar en este momento.

El valor de x se puede determinar utilizando cualquiera entre varios métodos. Esto depende del procedimiento para preparar la mezcla, según la presente invención, tal como se describe más adelante, pero, por ejemplo, en el caso

de que la mezcla, según la presente invención, se obtiene mediante la absorción de dióxido de carbono en la composición de alcóxido de dialquilestano y provocando una reacción química, el peso total de dióxido de carbono incorporado en la mezcla en forma de enlaces carbonato y dióxido de carbono presente disuelto en la mezcla se determina a partir de la diferencia entre el peso antes de absorber el dióxido de carbono gaseoso y el peso después de que se ha obtenido la mezcla, y, a continuación, x se puede determinar a partir del peso molecular del dióxido de carbono. De forma alternativa, la determinación puede llevarse a cabo utilizando otro método. Por ejemplo, algo de la mezcla líquida en la presente invención (por ejemplo, 100 ml) se retira y se toma como un líquido de muestra (el valor de Z para el líquido de muestra se puede determinar utilizando el método para la determinación de Z descrito anteriormente). El líquido de muestra se coloca en un recipiente sellado resistente a la presión (por ejemplo, un autoclave) que tiene un volumen, como mínimo, de 10 veces el volumen del líquido de muestra (por ejemplo, 1 l), y el mismo volumen que el líquido de la muestra de agua que contiene, como mínimo, 4 equivalentes molares de un ácido de Bronsted (por ejemplo, ácido acético, ácido sulfúrico, etc.) basado en Z para el líquido de muestra, se coloca en el recipiente sellado, para hidrolizar completamente los alcóxidos de alquilestano y complejos de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestano contenidos en el líquido de muestra. El dióxido de carbono disuelto en el líquido de muestra y en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestano contenido en el líquido de muestra se toma en una porción de fase gaseosa como dióxido de carbono gaseoso. Se miden la presión y el volumen de la porción de fase gaseosa del recipiente sellado resistente a la presión, y la cantidad de dióxido de carbono en la porción de fase gaseosa se mide utilizando el método públicamente conocido tal como cromatografía de gases utilizando un detector de conductividad térmica o un analizador de gases, y, a continuación, el número de x moles de dióxido de carbono incorporado en forma de enlaces carbonato contenido en el líquido de muestra y el dióxido de carbono disuelto en el líquido de muestra pueden determinarse a partir de la presión y el volumen medidos. Debe ser evidente para una persona experta en la materia que los métodos y procedimientos públicamente conocidos de análisis de gases se pueden utilizar en esta medición, por ejemplo la precisión del análisis se puede aumentar mediante la etapa a través de una columna de deshidratación. Alternativamente, el recipiente sellado resistente a la presión, por ejemplo, se calienta a aproximadamente 200°C, y, a continuación, la presión en el recipiente sellado resistente a la presión se reduce utilizando una bomba de vacío o similar, de manera que se elimina el gas producido, y también se sopla un gas inerte (por ejemplo nitrógeno gaseoso) en el recipiente sellado resistente a la presión a fin de eliminar completamente el gas producido en el recipiente sellado resistente a la presión, y el gas eliminado utilizando la bomba de vacío o similar es capturado, y, a continuación, se puede determinar x para el líquido de muestra a partir del volumen de gas y utilizando el método de análisis de dióxido de carbono públicamente conocido en el gas, tal como un analizador de gases, tal como se describió anteriormente. También se pueden utilizar en combinación otros métodos públicamente conocidos.

La mezcla, según la presente invención es una mezcla para transferencia. Convencionalmente, han existido métodos para la transferencia de dióxido de carbono de manera que el dióxido de carbono puede ser utilizado, tales como la transferencia de dióxido de carbono gaseoso a través de conducciones a partir de un cilindro o similar, el desplazamiento de un cilindro de dióxido de carbono a alta presión, y el transporte de dióxido de carbono sólido como hielo seco. En el caso de la transferencia de dióxido de carbono que tiene un contenido de agua muy bajo, sólo se ha empleado el método de desplazar un cilindro de dióxido de carbono de alta pureza, y el método de transferencia a través de las conducciones. Instalar un cilindro de dióxido de carbono a alta presión puede ser peligroso, y puede estar sujeto a severas restricciones legales. Sin embargo, según la presente invención, mediante la transferencia de la mezcla, según la presente invención, utilizando un recipiente o conducciones, en vez de transferir o desplazar dióxido de carbono gaseoso utilizando un cilindro, que es difícil de manejar debido a estas restricciones, el dióxido de carbono puede ser transferido o desplazado en forma de un líquido o como una mezcla solidificada que se puede convertir en un líquido. La mezcla, según la presente invención, es una mezcla para transferencia cuyo objetivo es la utilización eficaz del dióxido de carbono contenido en la forma de enlaces carbonato o en forma disuelta. Debido a que la mezcla puede ser transferida en forma líquida o licuada, es muy fácil de llevar a cabo la transferencia cuantitativamente utilizando una bomba de alimentación de líquido o similar.

A continuación, se presenta la descripción del método de transferencia de la mezcla, según la presente invención. La mezcla, según la presente invención, es una mezcla destinada a ser transferida en forma de líquido o en forma licuada, aunque la mezcla puede transferirse en estado sólido en algunos casos. La mezcla se transfiere preferentemente como un líquido o en forma licuada. Cuando se transfiere la mezcla líquida o licuada, para transferir la mezcla de forma estable, la transferencia se lleva a cabo preferentemente a una temperatura en un intervalo de -40 a 80°C. Por otra parte, teniendo en cuenta la fluidez durante la transferencia, es más preferente un intervalo de 0 a 80°C, el intervalo más preferente es desde la temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C) a 80°C. Se pueden añadir otros componentes a la mezcla, siempre que la transferencia de la mezcla y la recuperación y utilización de dióxido de carbono no se ven afectados. Ejemplos de dichos componentes que no afectan incluyen alcoholes alquílicos primarios, otros componentes de estaño (por ejemplo, un tetraalquilestano, un tetraalcoxiestano, o un hidróxido de monoalquilestano, y siempre que la transferencia no se vea afectada, un óxido de dialquilestano u óxido de estaño también pueden estar contenidos), disolventes (disolventes de éter, disolventes aromáticos, disolventes alifáticos, etc. que no afectan a la transferencia), y gases inertes (por ejemplo, nitrógeno gaseoso, argón gaseoso, helio gaseoso, metano gaseoso, dióxido de carbono gaseoso, etc.). Ejemplos específicos de disolventes incluyen metanol, etanol, propanol (isómeros), butanol (isómeros) pentanol (isómeros), hexanol (isómeros), heptanol (isómeros), tetrahidrofurano, dioxano, benceno, tolueno, y xileno (isómeros), en el caso de utilizar un alcohol, es preferente en términos de la estabilidad de la mezcla utilizar un alcohol que contiene un grupo alquilo, el mismo que

el grupo alquilo en los grupos alcoxi de un alcóxido de alquilestaño contenido en la composición de alcóxido de alquilestaño. La presión durante la transferencia se encuentra preferentemente en un intervalo desde presión normal a 1 MPa, y con el fin de la mezcla, según la presente invención, obtenida exista de forma estable, es más preferente un intervalo desde presión normal a 0,6 MPa.

La mezcla, según la presente invención, es una mezcla estable, pero está sujeta a hidrólisis como con un alcóxido de metal común, y por lo tanto, durante la transferencia, es preferente prestar atención al agua en la medida que sería evidente para una persona experta en la materia. En el caso que la mezcla contiene un carbonato, el contenido de carbonato es preferentemente no mayor del 20% molar basado en el número de moles de tetraalquildialcoxidiestanoxano en la composición de alcóxido de alquilestaño en la mezcla, y, en el caso que la composición contiene un óxido de dialquilestaño, el contenido de carbonato es preferentemente también no mayor de, más del 20% molar basado en el óxido de dialquilestaño. Esto es porque en el caso que está presente un carbonato, se puede producir exceso de dióxido de carbono, y, por lo tanto, la mezcla puede llegar a ser inestable. Además, en el caso de transferir la mezcla y utilizar la mezcla para producir un carbonato, a partir de las limitaciones de equilibrio, no es deseable que la mezcla contenga un carbonato, ya que entonces la cantidad de carbonato de nueva producción puede disminuir.

Cuando se transfiere la mezcla, según la presente invención, se puede utilizar un recipiente o conducción hecho de un material estructural conocido públicamente. Se puede añadir, según sea necesario, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipamiento de procedimiento de conocimiento público, tal como generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y para mantener la temperatura constante, se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido, tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico. El material conocido públicamente puede ser utilizado sin que existan limitaciones en particular para los mismos. Ejemplos de los mismos incluyen plástico, papel, acero inoxidable y similares.

Se describen a continuación ejemplos de procedimientos para obtener la mezcla, según la presente invención, aunque no hay ninguna limitación a los mismos. Un procedimiento preferente es aquel en el que se obtiene una composición alcóxido de alquilestaño que contiene, como mínimo, un alcóxido de alquilestaño tal como se describió anteriormente. Una composición particularmente preferente es una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene tetraalquildialcoxidiestanoxano representado por la fórmula (1) y/o dialcóxido de dialquilestaño representado por la fórmula (2). La proporción de átomos de estaño contenidos en los alcóxidos de alquilestaño representados por las fórmulas (1) y (2) basado en el número total de moles de átomos de estaño contenidos en los alcóxidos de alquilestaño en la composición es preferentemente no menor del 30%, más preferentemente no menor del 40%, aún más preferentemente no menor del 50%.

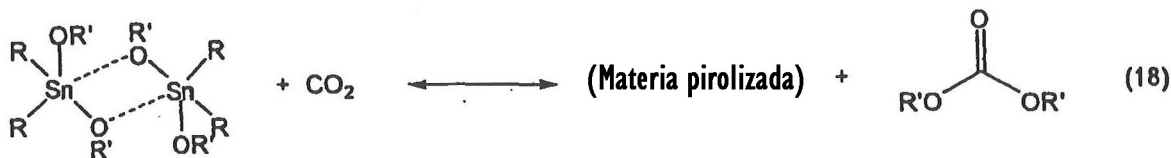
Los presentes inventores llevaron a cabo estudios asiduos, y como resultado descubrieron que el complejo de dióxido de carbono de tetraalquildialcoxidiestanoxano tiene una fortaleza de enlace alta con el dióxido de carbono, y determinaron que, en el caso de que el objetivo sea la recuperación y la utilización de dióxido de carbono, es preferente que la composición tenga un contenido de dialcóxido de dialquilestaño alto. La composición más preferente, por lo tanto, es aquella en la que la relación molar entre el tetraalquildialcoxidiestanoxano y el dialcóxido de dialquilestaño contenido en la composición de alcóxido de alquilestaño está en un intervalo desde 0:100 a 80:20. En el caso de mejorar la productividad, o fijar más dióxido de carbono a través del complejo de dióxido de carbono, un intervalo más preferente es de 10:90 a 70:30.

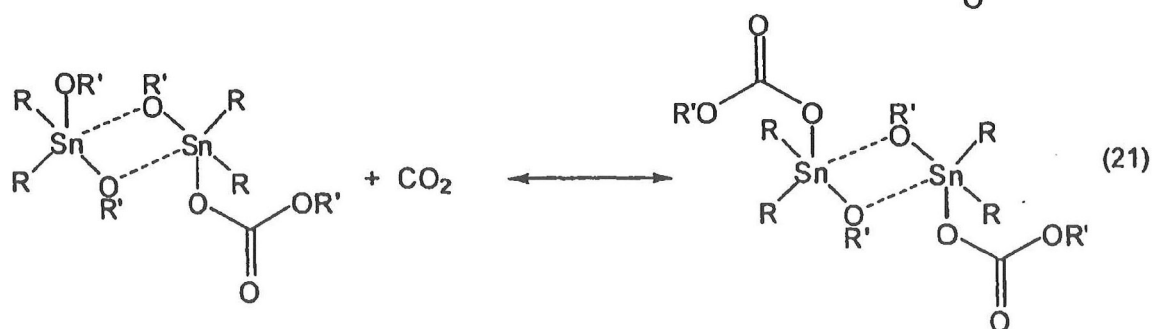
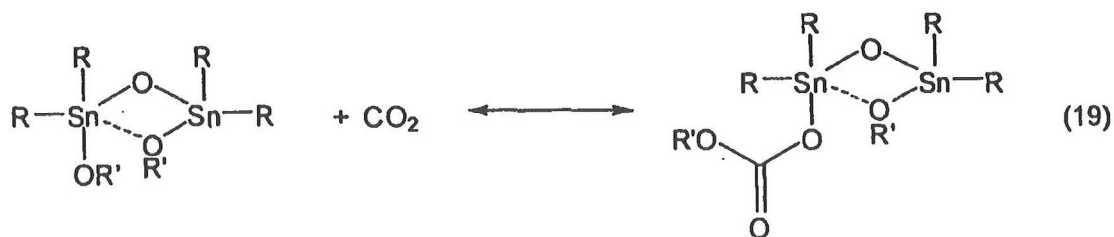
A continuación, se presentan ejemplos de procedimientos de obtención de la mezcla, según la presente invención.

1) Procedimiento de absorción de dióxido de carbono gaseoso en la composición alcóxido de alquilestaño

La mezcla, según la presente invención, se puede obtener mediante la absorción de dióxido de carbono gaseoso en una composición alcóxido de alquilestaño, tal como se describió anteriormente y provocando una reacción química.

Como procedimientos similares, existen procedimientos conocidos en los que se obtiene un carbonato a partir de dióxido de carbono y un alcóxido de alquilestaño. Ejemplos de ello son los procedimientos descritos previamente por los presentes inventores (por ejemplo, WO 2003/055840, WO 2004/014840, etc). Dicha reacción en la que se produce un carbonato a partir de dióxido de carbono y un alcóxido de alquilestaño utiliza una reacción representada por la fórmula (18), y es una reacción endotérmica que se lleva a cabo mientras se suministra calor desde el exterior, pero la presente invención difiere en gran medida en que se utilizan las reacciones exotérmicas tal como se representa, por ejemplo, mediante las fórmulas (19) a (21):





5 R y R' en las fórmulas anteriores representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo.

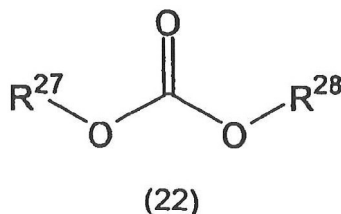
El dióxido de carbono gaseoso puede ser cualquier dióxido de carbono gaseoso, pero en el caso de utilizar la mezcla, según la presente invención, con el objetivo de transferir la mezcla y extraer dióxido de carbono gaseoso que tiene un contenido de agua más bajo que el dióxido de carbono gaseoso utilizado en el procedimiento, por ejemplo, se puede utilizar dióxido de carbono gaseoso que tiene un contenido de agua de hasta 10000 ppm. Esto se conjetura porque el agua se consume mediante la mezcla, según la presente invención, sometida a hidrólisis parcial, de manera que cuando el dióxido de carbono gaseoso se extrae de la mezcla, el agua que ha sido consumida en la hidrólisis no está contenida, aún así, se ha encontrado que hay un efecto sorprendente no informado previamente inesperado de que el dióxido de carbono gaseoso del que se ha eliminado incluso una cantidad traza de agua puede ser extraído. En el caso de transferir la mezcla, según la presente invención y utilizar la mezcla en la producción de carbonato o similar, una disminución en el rendimiento de carbonato puede surgir debido a la reacción de hidrólisis anterior, y, por lo tanto, es preferente utilizar dióxido de carbono gaseoso que tiene un contenido de agua no mayor de 1000 ppm, más preferentemente no mayor de 500 ppm. El ejemplo más preferente del dióxido de carbono es gas que contiene dióxido de carbono descargado de una etapa de producción de carbonato, haciendo reaccionar dióxido de carbono con un alcóxido de alquilestano como material de partida, no siendo consumido este exceso de dióxido de carbono como el carbonato.

La presión de reacción depende de la temperatura de reacción, pero se encuentra preferentemente en el intervalo desde presión normal a 1 MPa, y con el fin de que la mezcla, según la presente invención, obtenida exista de forma estable, es más preferente un intervalo desde presión normal a 0,6 MPa. La temperatura de reacción depende de la presión de reacción, pero en el caso de alta temperatura y alta presión se produce fácilmente un carbonato de modo que la mezcla de la presente invención tiende a no existir más de forma estable, y, por lo tanto, para obtener la mezcla de la presente invención, es preferente un intervalo de -40 a 80 °C, además, el objetivo de la mezcla, según la presente invención, es transferir y utilizar el dióxido de carbono, y, por lo tanto, teniendo en cuenta la fluidez durante la transferencia, es más preferente un intervalo de 0 a 80 °C, el intervalo más preferente es desde temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C) a 80 °C. La reacción se lleva a cabo preferentemente con un tiempo de reacción desde unos pocos segundos a 100 horas, y considerando la productividad y así sucesivamente, es preferente un intervalo desde unos pocos minutos a 10 horas. Además, cuando se lleva a cabo la reacción, la composición de alcóxido de alquilestano preferentemente es líquida, siendo utilizada una composición de alcóxido de alquilestano líquida o licuada. En el caso de un sólido, la composición se puede calentar, o se puede añadir un disolvente. Ejemplos de disolventes son tal como se mencionaron anteriormente.

Además, utilizando el procedimiento de producción anterior, la mezcla, y el dióxido de carbono que tiene un contenido de agua menor que el dióxido de carbono suministrado se pueden obtener simultáneamente. Dióxido de carbono gaseoso se suministra continuamente al reactor y se lleva a cabo la reacción química, y la mezcla obtenida

de este modo se obtiene como un componente de la fase líquida, mientras que una porción de fase gaseosa en el reactor se extrae continuamente de forma simultánea, con lo que se puede obtener dióxido de carbono gaseoso seco que tiene un menor contenido de agua que el dióxido de carbono gaseoso suministrado continuamente.

- 5 2) Procedimiento de hacer reaccionar carbonato representado por la fórmula siguiente (22) con la composición alcóxido de alquilestaño que contiene óxido de dialquilestaño representado por la siguiente fórmula (23) y/o tetraalquildialcoxidiestanoxano representado por la fórmula química (1):

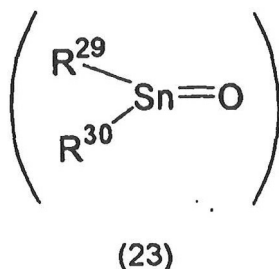


10 en la que R^{27} y R^{28} representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo.

Cada uno de R^{27} y R^{28} representa una cadena lineal o grupo alifático ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno de cadena lineal o ramificada que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que comprende un arilo opcionalmente sustituido que tiene 6 a 19 átomos de carbono y un grupo alquilo seleccionado entre el grupo que comprende alquilos de cadena lineal o ramificada que tienen de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. R^{27} y R^{28} en la fórmula (22) pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes.

Ejemplos de dicho carbonato incluyen carbonatos de dialquilo, tales como carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo (isómeros), carbonato de dibutilo (isómeros), carbonato de difenilo (isómeros), carbonato de dihexilo (isómeros), carbonato de diheptilo, y carbonato de dibencilo. Se puede seleccionar uno del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.

De los carbonatos representados por la fórmula (22), en el caso de que el número de átomos de carbono en el grupo R^{27} o el grupo R^{28} es bajo, la estabilidad de la mezcla obtenida y la fluidez de transferencia puede empeorar, y, además, en el caso de tener un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O) del grupo OR^{27} u OR^{28} formados a partir del grupo R^{27} o R^{28} , puede que la mezcla obtenida no sea líquida, y, por lo tanto, es más preferente para este átomo de carbono adyacente que forme una estructura de grupo metileno (CH_2), siendo ejemplos más preferentes aquellos en los que cada uno de los grupos R^{27} y R^{28} es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno. Dichos ejemplos más preferentes incluyen di-(n-butil)-carbonato, di-(n-pentil)-carbonato, bis-(3-metilbutil) carbonato, di-(n-hexil)-carbonato, y bis-(2-etilbutil)-carbonato.



40 en la que R^{29} y R^{30} representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo.

Ejemplos de cada uno de R^{29} y R^{30} en el óxido de dialquilestaño de fórmula (23) incluyen grupos alquilo siendo grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono y grupos cicloalquilo siendo grupos hidrocarbonados alicíclicos que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, propilo, butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros), 2-butenilo, ciclobutenilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, ciclopentilo, ciclopentadienilo y ciclohexenilo, y grupos aralquilo que tienen de 7 a 20 átomos de carbono, tales como bencilo y feniletilo. Además, el grupo alquilo puede contener un enlace de éter, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están

sustituídos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo. Es particularmente preferente un grupo alquilo de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 8 átomos de carbono. Se puede utilizar un grupo que tiene más átomos de carbono que el anterior, pero la fluidez puede empeorar, o puede verse afectada la productividad. R^{29} y R^{30} en la fórmula (23) pueden ser los mismos entre sí, o en algunos casos pueden ser diferentes.

Ejemplos de dicho óxido de dialquilestaño incluyen óxidos de dialquilestaño tales como óxido de dibutilestaño y óxido de dioctilestaño. Se puede seleccionar uno del grupo anterior, o se puede utilizar una mezcla seleccionada del grupo anterior.

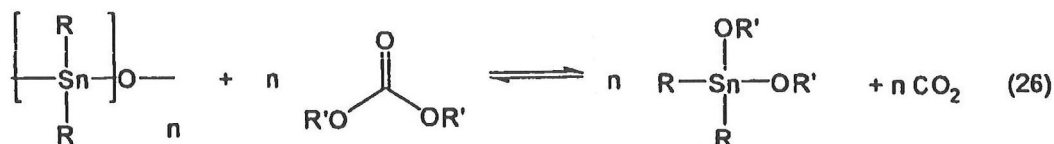
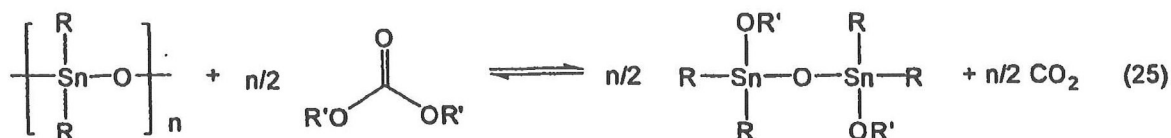
De los óxidos de dialquilestaño representados por la fórmula (23), es preferente uno en el que cada uno de los grupos R^{29} y R^{30} se selecciona entre un grupo n-butilo y un grupo n-octilo. El óxido de dialquilestaño se muestra como una estructura monomérica en la fórmula (23), pero dado que es públicamente conocido para las personas expertas en la materia, dicho óxido de dialquilestaño existe generalmente como un polímero no estando formado el doble enlace estaño-oxígeno y, por lo tanto, no hay ninguna limitación a la estructura de la fórmula (23).

Es de dominio público que dialcóxido de dialquilestaño se puede obtener a partir de un tetraalquildialcoxidiestanoxano y un carbonato (véase, por ejemplo, la patente de EE.UU. Núm. 5.545.600). Se presume que el dialcóxido de dialquilestaño se produce a través de la fórmula siguiente (24):



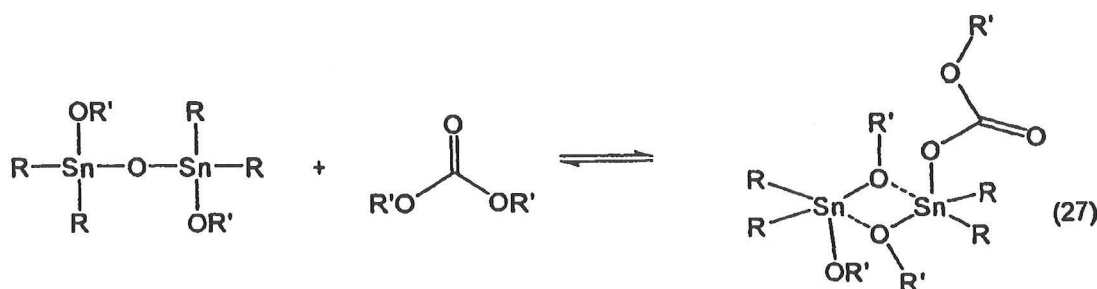
R y R' en la fórmula anterior representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo.

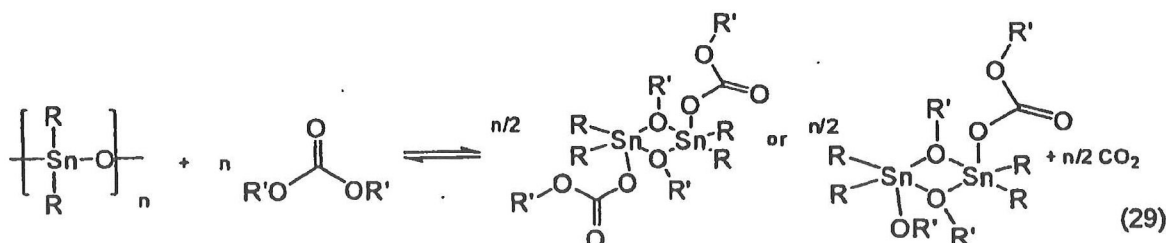
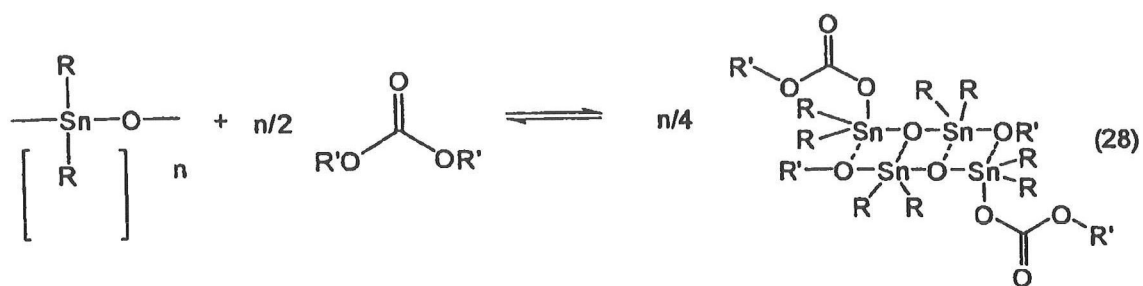
De manera similar, se puede producir tetraalquildialcoxidiestanoxano o dialcóxido de dialquilestaño a partir de un óxido de dialquilestaño y un carbonato de conformidad con las reacciones que se presumen como en las siguientes fórmulas (25) y (26):



R y R' en las fórmulas anteriores representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo.

Los presentes inventores llevaron a cabo extensos estudios, y como resultado descubrieron que mediante el control de las reacciones anteriores, las reacciones representadas por las siguientes fórmulas (27) a (29) se puede hacer que tengan lugar en combinación con el fin de obtener la mezcla de la presente invención:





5 R y R' en las fórmulas anteriores representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo.

En el caso de utilizar tetraalquildialcoxidiestanoxano, el carbonato se utiliza en una cantidad, por ejemplo, de 0,1 a 1 equivalentes molares basado en el tetraalquildialcoxidiestanoxano, y en el caso de utilizar un óxido de dialquilestaño, el carbonato se utiliza en una cantidad, por ejemplo, de 0,1 a 1 equivalentes molares. La temperatura de reacción aquí se encuentra en el intervalo de 50 a 200 °C, aunque en el caso de que la temperatura sea alta, las reacciones de liberación de dióxido de carbono anteriores de las fórmulas (24) a (26) son propensas a tener lugar, y, por lo tanto, es preferente un intervalo de 50 a 150 °C. La reacción se lleva a cabo generalmente a una presión en un intervalo desde la presión normal hasta 1 MPa, ya que las reacciones representadas por las fórmulas (24) a (26) son propensas a tener lugar bajo presión reducida. Si se obtiene el complejo de dióxido de carbono o si las reacciones de liberación de dióxido de carbono transcurren de manera que el dióxido de carbono gaseoso se libera del complejo de dióxido de carbono se rige por reacciones de equilibrio. Además, la reacción de producción de carbonato a partir del complejo de dióxido de carbono también se rige por una reacción de equilibrio, y por lo tanto, aunque depende de la temperatura de reacción, un intervalo más preferente para la presión de reacción es de 0,1 MPa a 0,8 MPa. En algunos casos, la reacción se puede llevar a cabo con dióxido de carbono presurizado. La reacción se lleva a cabo con un tiempo de reacción en el intervalo desde unos pocos minutos a 100 horas, y considerando la productividad y así sucesivamente, es preferente un intervalo desde unos pocos minutos a 10 horas. Como disolvente, puede ser utilizado un disolvente que no tiene efectos adversos para la transferencia descrito anteriormente, los ejemplos incluyen disolventes de éter, disolventes aromáticos y disolventes alifáticos. Ejemplos específicos de disolventes incluyen metanol, etanol, propanol (isómeros), butanol (isómeros) pentanol (isómeros), hexanol (isómeros), heptanol (isómeros), tetrahidrofurano, dioxano, benceno, tolueno, y xileno (isómeros). Además, puede estar presente un gas inerte (por ejemplo gas nitrógeno, gas argón, etc) junto con el disolvente. Tal como se describió anteriormente, hay un intervalo preferente para la cantidad de carbonato contenido en la mezcla, según la presente invención, y por lo tanto, cuando la producción de la mezcla, según la presente invención, mediante el procedimiento anterior, la cantidad del carbonato utilizado y las condiciones de reacción se seleccionan de manera que la cantidad de carbonato residual se encuentra en este intervalo preferente. En algunos casos, se puede eliminar el carbonato. En el procedimiento anterior de obtención de la mezcla utilizando carbonato, no es el caso que el dióxido de carbono se fija directamente, sino más bien se obtienen enlaces carbonato como en el caso de que se utiliza dióxido de carbono gaseoso, y, por lo tanto, la mezcla obtenida mediante este procedimiento es la mezcla según la presente invención.

35 Cuando se produce la mezcla mediante el procedimiento de producción descrito en 1) o 2) o mediante otro procedimiento, se puede utilizar un reactor públicamente conocido. Éste puede ser un reactor de tanque, un reactor de columna, o un reactor tubular. Por ejemplo, se pueden utilizar un reactor discontinuo, un reactor semidiscontinuo, un reactor continuo de tanque agitado, o un reactor de flujo, o un reactor combinado en el que dichos reactores están conectados entre sí. No existen limitaciones particulares para el material del reactor, siendo posible utilizar un material conocido públicamente. Éste se puede seleccionar según las condiciones de reacción dentro del alcance del conocimiento común de las personas expertas en la materia. Por ejemplo, se puede utilizar un material tal como acero inoxidable (SUS) o hierro, siendo ejemplos acero inoxidable martensítico (SUS 410, etc.), acero inoxidable ferrítico (SUS 430, etc), y acero inoxidable austenítico (SUS 304, SUS 316, etc.). De los materiales metálicos, es preferente el acero inoxidable. Se puede añadir, según sea necesario, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipamiento de procedimiento de conocimiento público, tal como un generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido, tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico.

A continuación, se describirá la utilización de la mezcla, según la presente invención. Ya se ha descrito la utilización como mezcla para la transferencia.

a) Utilización de dióxido de carbono extraído a partir de la mezcla, según la presente invención

Ya se ha explicado que el dióxido de carbono que tiene bajo contenido de agua se puede extraer a partir de la mezcla, según la presente invención. No existen limitaciones particulares para la utilización de dióxido de carbono, siendo posible utilizar el dióxido de carbono dentro del ámbito de los ejemplos de utilización de dióxido de carbono públicamente conocidos. Por ejemplo, el dióxido de carbono se puede utilizar para bebidas, para la limpieza con dióxido de carbono, para el cultivo o almacenamiento de verduras o similares, o para la maduración de frutas tales como bananas. El dióxido de carbono también se puede utilizar en el almacenamiento y la estabilización de productos químicos. Por ejemplo, un compuesto de amina primaria puede ser solidificado y almacenado como carbamato porque se hace reaccionar con dióxido de carbono.

Debido a que el contenido de agua del dióxido de carbono de la presente invención es muy bajo, no hay producción de agua de cristalización o similares, y, por lo tanto, es posible un almacenamiento de alta calidad.

A continuación, se describirá un método para extraer dióxido de carbono gaseoso a partir de la mezcla, según la presente invención, aunque se puede utilizar un método distinto al que se describe a continuación. Por ejemplo, la mezcla, según la presente invención se calienta, o se somete a presión reducida, con lo que el dióxido de carbono fijado como enlaces carbonato en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y se puede extraer el dióxido de carbono disuelto como dióxido de carbono gaseoso. La mezcla, según la presente invención se puede utilizar como material de partida en la síntesis de carbonato como tal, o se puede almacenar con el dióxido de carbono que se descarga como dióxido de carbono gaseoso, cuando se requiera. Como condiciones de almacenamiento, el almacenamiento se lleva a cabo a la temperatura en la que se lleva a cabo la reacción para la recuperación descrita anteriormente, o una temperatura inferior a esta. Esto es porque la composición líquida contiene complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño y dióxido de carbono disuelto, y el equilibrio de adsorción/desorción de dióxido de carbono varía con la temperatura, desplazándose el equilibrio hacia el lado de la desorción a temperaturas altas, y, por lo tanto, la temperatura durante el almacenamiento es preferentemente menor que la temperatura a la cual se llevó a cabo la recuperación (inserción/adsorción/adición). Descargar el dióxido de carbono gaseoso a partir de la composición líquida, por lo tanto, puede llevarse a cabo fácilmente mediante calentamiento. Tal como se describió anteriormente, la temperatura para ello es más alta que la temperatura a la cual se llevó a cabo la recuperación (inserción/adsorción/adición). Además, el dióxido de carbono gaseoso también puede ser extraído sometiendo a presión reducida. La reacción de recuperación (inserción/adsorción/adición) es una reacción de equilibrio, y, por lo tanto, depende de la concentración de dióxido de carbono (presión parcial) en la parte de la fase gaseosa. Por consiguiente, para descargar el dióxido de carbono a la temperatura de reacción utilizada en la recuperación (inserción/adsorción/adición), la presión debe reducirse por debajo de la presión utilizada en la reacción de recuperación. Preferentemente, el dióxido de carbono gaseoso se puede extraer de forma eficiente por calentamiento y reducción de la presión. La temperatura de calentamiento depende de los valores de Z, x, e y para la mezcla, y la presión, pero el dióxido de carbono gaseoso se puede extraer a una temperatura en un intervalo desde temperatura ambiente a 200°C. En el caso que la temperatura sea baja, puede ser necesario reducir la presión, o añadir un aditivo, tal como se describe a continuación. Un intervalo de temperatura preferente es de 60 a 200°C, pero a altas temperaturas se puede producir la termólisis de alcóxidos de alquilestaño en la mezcla, y, por lo tanto, es más preferente un intervalo de 60 a 150 °C. El intervalo más preferente es de 80 a 150°C. La presión durante la extracción depende de los valores de Z, x, e y para la mezcla, y la temperatura, pero la extracción se puede llevarse a cabo en el intervalo de condiciones despresurizadas a condiciones presurizadas. Un ejemplo es un intervalo de 10 Pa a 1 MPa, pero la presión es preferentemente baja, de manera para llevar a cabo la extracción de manera eficiente, y por lo tanto, un intervalo preferente es de 10 Pa a 0,1 MPa, más preferentemente de 10 Pa a presión normal. La extracción también se puede llevar a cabo mediante la adición de un aditivo a la mezcla. Aditivos preferentes incluyen ácidos de Bronsted con una acidez más alta que el ácido carbónico, compuestos de diol, y compuestos de amina. Como ejemplos de los mismos, se puede utilizar un ácido orgánico o un ácido inorgánico tal como ácido acético, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, fenol o catecol, un 1,2-glicol o 1,3-glicol o similares, tal como etilenglicol o propilenglicol, o una amina tal como butilamina o etilendiamina. El aditivo se puede utilizar a una temperatura y presión en un intervalo como anteriormente. La cantidad añadida puede estar en un intervalo de 0,1 a 100 equivalentes molares basado en Z. Cabe señalar, sin embargo, que en el caso de regenerar y utilizar la mezcla después que se ha extraído el dióxido de carbono de la mezcla, la extracción se lleva a cabo preferentemente utilizando un método en el que no se añade un aditivo. El tiempo durante el cual se lleva a cabo la extracción se puede seleccionar libremente según las necesidades, pero en el caso de utilizar una temperatura, presión y aditivos como se describió anteriormente, preferentemente se controla dentro de un intervalo desde unos pocos segundos a 100 horas, según la cantidad utilizada.

No hay limitaciones para el recipiente o conducciones utilizados en la extracción, siendo posible utilizar un reactor o conducciones de conocimiento público. El reactor puede ser un reactor de tanque, un reactor de columna, o un reactor tubular. Por ejemplo, se pueden utilizar un reactor discontinuo, un reactor semi-discontinuo, un reactor continuo de tanque agitado, o un reactor de flujo, o un reactor combinado en el que dichos reactores están conectados entre sí. No existen limitaciones particulares para el material del reactor, siendo posible utilizar un material conocido públicamente. Éste se puede seleccionar según las condiciones de reacción dentro del alcance

del conocimiento común de las personas expertas en la materia. Por ejemplo, se puede utilizar un material tal como acero inoxidable (SUS) o hierro, siendo ejemplos acero inoxidable martensítico (SUS 410, etc), acero inoxidable ferrítico (SUS 430, etc), y acero inoxidable austenítico (SUS 304, SUS 316 etc). De los materiales metálicos, es preferente el acero inoxidable. Se puede añadir, según sea necesario, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipamiento de procedimiento de conocimiento público, tal como un generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido, tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico.

La mezcla, según la presente invención, se puede producir bajo condiciones suaves, y, por lo tanto, se puede producir fácilmente utilizando baja presión de dióxido de carbono descargado desde otro procedimiento químico de producción. La producción de la mezcla, según la presente invención, es, por lo tanto, un procedimiento de utilización de la recuperación de dióxido de carbono. Mediante la recuperación del dióxido de carbono de baja presión, que convencionalmente no se hubiera utilizado, sino más bien descargado a la atmósfera, a fin de producir la mezcla, según la presente invención, y transferir el dióxido de carbono (complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño, y dióxido de carbono disuelto) contenido en la mezcla como una mezcla líquida o licuada, el dióxido de carbono se puede utilizar de forma eficaz.

El dióxido de carbono, que es el objetivo de recuperación en la presente invención, es principalmente gas que contiene dióxido de carbono descargado de un procedimiento de producción de carbonato con dióxido de carbono como material de partida. Más específicamente, para un procedimiento de producción de carbonato haciendo reaccionar dióxido de carbono y una composición de alcóxido de alquilestaño entre sí, es un objetivo de recuperar y reutilizar el dióxido de carbono gaseoso que está contenido en un líquido de reacción extraído del reactor de producción de carbonato y que no se ha consumido como carbonato. Este dióxido de carbono no consumido se retira del líquido de reacción hacia fuera del sistema como dióxido de carbono gaseoso en una etapa de liberación de dióxido de carbono, y generalmente se descarga a la atmósfera, pero mediante la utilización de la composición alcóxido de alquilestaño a fin de recuperar el dióxido de carbono gaseoso retirado como una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y la introducción de la mezcla líquida o licuada en el reactor de producción de carbonato, la cantidad de dióxido de carbono gaseoso descargado a la atmósfera se puede reducir, y, por lo tanto, se puede mejorar la eficiencia de la utilización de dióxido de carbono. Como el procedimiento de producción de carbonato que utiliza la mezcla, se puede utilizar preferentemente un procedimiento previamente inventado por los presentes inventores (por ejemplo, WO 2003/055840, WO 2004/014840). La presente invención es un desarrollo de esa invención que se logra mediante estudios extensos adicionales, la reacción entre el alcóxido de alquilestaño y el dióxido de carbono en esa invención simplemente se sustituye por una reacción entre la mezcla, según la presente invención y dióxido de carbono, por lo que la cantidad de dióxido de carbono utilizado en la producción de carbonato se puede reducir en gran medida. Esto es porque el dióxido de carbono que ha sido convencionalmente descargado a la atmósfera, se puede reutilizar en la producción de la mezcla, según la presente invención.

El procedimiento de producción de carbonato previamente inventado por los presentes inventores es un procedimiento en el que, tal como se muestra en la siguiente fórmula (30), un compuesto organometálico se hace reaccionar con dióxido de carbono para formar un aducto de dióxido de carbono del compuesto organometálico, y, a continuación, es producido por descomposición térmica. En la presente invención, un alcóxido de alquilestaño específico se utiliza como el compuesto organometálico, con lo que mediante la reacción del alcóxido de alquilestaño con dióxido de carbono gaseoso por adelantado, se produce una mezcla específica que contiene el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y, a continuación, después de transferir la mezcla, se puede producir carbonato mediante una reacción de pirólisis. Como dióxido de carbono gaseoso, se puede utilizar de forma muy adecuada dióxido de carbono gaseoso recuperado del líquido de reacción después de la pirólisis.



La figura 1 ilustra un ejemplo del flujo de producción de carbonato utilizando la mezcla de la presente invención. El procedimiento se describe a continuación basándose en la figura 1. Etapa 1: Etapa de producción del complejo de dióxido de carbono.

Esta es una etapa de producción de la mezcla, según la presente invención, siendo una etapa de obtención de una mezcla para la transferencia de dióxido de carbono, que comprende dióxido de carbono y una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene alcóxido de alquilestaño y el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, en la que siendo Z el número de moles de los átomos de estaño en el alcóxido de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla, siendo (CO₂) el dióxido de

carbono incorporado en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y el dióxido de carbono contenido en la mezcla, y siendo (OR) los grupos contenidos en la mezcla, en la que O en cada uno de los grupos OR representa un átomo de oxígeno, y R representa un grupo alifático o un grupo aralquilo, siendo (i) R de un grupo OR que forma un enlace estaño-OR y/o (ii) R de un grupo OR que forma un enlace -O-(CO)-OR en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, en una relación $Z:(CO_2)_x:(OR)_y$, una proporción molar representada por x está en el intervalo de 0,1 a 2, y una proporción molar representada por y está en un intervalo de 0,5 a 2.

Etapa 2: Etapa de transferencia

Esta es una etapa de transferencia de la mezcla líquida o licuada a una etapa de síntesis de carbonato.

Etapa 3: Etapa de producción de carbonato

Esta es una etapa de obtención de un líquido de reacción que contiene carbonato a partir de la mezcla en presencia de dióxido de carbono.

Etapa 4: Etapa de liberación de dióxido de carbono

Esta es una etapa de separación del dióxido de carbono como un componente gaseoso del líquido de reacción. Aquí, el líquido de reacción que contiene carbonato obtenido mediante la separación se procesa preferentemente proporcionando una etapa de separación de carbonato y así sucesivamente.

Tal como se describió anteriormente, es preferente un procedimiento en el que el gas que contiene dióxido de carbono descargado de la etapa de producción de carbonato en la que se utiliza dióxido de carbono como material de partida, se utiliza para producir la mezcla, según la presente invención, siendo preferente obtener la mezcla con el dióxido de carbono gaseoso separado de la etapa 4 tal como se muestra en la figura 1 y anteriormente.

La figura 2 ilustra un diagrama de flujo en el que se obtiene la mezcla, según la presente invención, utilizando el dióxido de carbono gaseoso separado de la etapa 4, y se produce carbonato. El procedimiento se describe a continuación basándose en la figura 2.

Este es un procedimiento en el que el carbonato se produce añadiendo la etapa 5 siguiente al procedimiento que se muestra en la figura 1.

Etapa 5: Etapa de reciclado de dióxido de carbono gaseoso no utilizado

Esta es una etapa de reciclado del dióxido de carbono gaseoso separado en la etapa 4 hacia la etapa 1.

Además, la figura 3 ilustra un diagrama de flujo de un procedimiento de producción continua de carbonato, en el que se añade además una etapa de regeneración de alcóxido de alquilestaño. El procedimiento se describe a continuación basándose en la figura 3.

Este es un procedimiento en el que un carbonato es continuamente producido, añadiendo las siguientes etapas 6 a 8 después de la etapa 5, mostrada en la figura. 2.

Etapa 6: Etapa de separación de carbonato

Esta es una etapa de separar el carbonato del líquido de reacción del que se ha separado el dióxido de carbono en la etapa 4, a fin de obtener un líquido residual.

Etapa 7: Etapa de regeneración de alcóxido de alquilestaño

Esta es una etapa de hacer reaccionar el líquido residual con un alcohol, con el fin de obtener una composición alcóxido de alquilestaño.

Etapa 8: Etapa de reciclaje de alcóxido de alquilestaño

Esta es una etapa de reciclaje de la composición de alcóxido de alquilestaño a la etapa 1.

Al inicio de la reacción continua, no hay líquido residual para ser utilizado en la etapa 5 o dióxido de carbono gaseoso no utilizado para ser utilizado en la etapa 1, y por lo tanto se proporciona por separado una etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño, siendo transferido el alcóxido de alquilestaño producido en esta etapa de síntesis a la etapa 1 y/o la etapa 3 para el inicio. En el caso de la transferencia a la etapa 1, se suministra dióxido de carbono fresco. En cuanto a la especificación de este dióxido de carbono, se puede utilizar preferentemente dióxido de carbono gaseoso tal como se ha descrito anteriormente en el proceso 1) para producir la mezcla según la presente invención. En la etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño o la etapa de regeneración de alcóxido de

alquilestaño, como mínimo, se produce alcóxido de alquilestaño que permite que la mezcla, según la presente invención sea obtenida en la etapa 1 y transferida a la etapa 1.

A continuación se presenta una descripción detallada de cada una de las etapas.

i) Etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño (etapa utilizada tras el inicio de la operación continua)

Para esta etapa, se puede utilizar preferentemente un procedimiento de producción de alcóxido de alquilestaño dado a conocer anteriormente por los presentes inventores (por ejemplo, WO 2005/111049). Esta etapa es una etapa de producción de alcóxido de alquilestaño a partir de óxido de dialquilestaño y alcohol, siendo el alcohol utilizado uno representado por la siguiente fórmula (31):



en la que R^{31} representa un grupo alifático o un grupo aralquilo.

R^{31} representa un grupo alifático de cadena lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo que tiene de 5 a 12 átomos de carbono, un grupo alqueno que tiene de 2 a 12 átomos de carbono, o un grupo aralquilo que tiene de 7 a 20 átomos de carbono que comprende un arilo opcionalmente sustituido que tiene de 6 a 19 átomos de carbono y un alquilo seleccionado del grupo que comprende alquilos de cadena lineal o ramificada que tiene de 1 a 14 átomos de carbono y cicloalquilos que tienen de 5 a 14 átomos de carbono, o puede ser un grupo hidrocarbonado halogenado en el que todos o algunos de los hidrógenos en un grupo hidrocarbonado están sustituidos con átomos de halógeno tales como nonafluorobutilo o heptafluorobutilo (isómeros), aunque no hay ninguna limitación a lo anterior. Es preferente un grupo alquilo, siendo preferente un alcohol que tiene un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y que tiene un punto de ebullición mayor que el agua a presión normal.

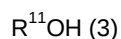
Ejemplos de dicho alcohol incluyen n-butanol, 2-metil-1-propanol, pentanol (isómeros), y hexanol (isómeros). De los alcoholes representados por la fórmula (31), en el caso de que cada uno de los grupos alcoxi del alcóxido de alquilestaño obtenido sea un grupo OR^{31} formado a partir del grupo R^{31} que tiene un sustituyente en el átomo de carbono adyacente al oxígeno (O), la mezcla, según la presente invención, obtenida del alcóxido de alquilestaño puede no ser líquida, y, por lo tanto, es lo más preferente para este átomo de carbono adyacente que forme una estructura de grupo metileno (CH_2), siendo los ejemplos más preferentes alcoholes en los que R^{31} es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono y en el que el átomo de carbono adyacente al oxígeno forma una estructura de metileno, siendo éstos alcoholes primarios que tienen un punto de ebullición mayor que el agua a presión normal. Dichos ejemplos más preferentes incluyen n-butanol, 2-metil-1-propanol, n-pentanol, 3-metil-1-butanol, n-hexanol, y 2-etil-1-butanol.

El óxido de dialquilestaño utilizado en la etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño utilizado en el procedimiento de producción de carbonato de la presente invención es un óxido de dialquilestaño representado por la fórmula (23) descrita anteriormente. El alcohol y el óxido de dialquilestaño se someten a una reacción de deshidratación, siendo obtenidos un tetraalquildialcoxidiestanoxano y/o un dialcóxido de dialquilestaño a la vez que se elimina el agua producida del sistema. La cantidad del alcohol utilizado se encuentra en un intervalo de 2 a 100 equivalentes molares basados en óxido de dialquilestaño, la cantidad del alcohol siendo preferentemente alta a fin de aumentar la proporción del dialcóxido de dialquilestaño en la composición de alcóxido de alquilestaño producida y/o aumentar la velocidad de producción. Sin embargo, considerando el tamaño del reactor entre otros, la cantidad de alcohol es preferentemente baja. Un intervalo preferente es, por lo tanto, de 4 a 80 equivalentes molares, más preferentemente de 4 a 50 equivalentes molares. La temperatura de reacción, por ejemplo, se encuentra en un intervalo de 80 a 180 °C, y para eliminar el agua producida hacia fuera del sistema por destilación, aunque depende de la presión de reacción, se encuentra preferentemente en un intervalo de 100 a 180 °C, y teniendo en cuenta que los alcóxidos de alquilestaño producidos pueden ser alterados a altas temperaturas, se encuentra más preferentemente en un intervalo de 100 a 160 °C. La presión de reacción es una presión a la que se puede eliminar el agua producida hacia fuera del sistema, y aunque depende de la temperatura de reacción, se encuentra en un intervalo desde 20 a 1×10^6 Pa. No existen limitaciones particulares sobre el tiempo de reacción para la reacción de deshidratación (el tiempo de residencia en el caso de un procedimiento continuo), pero éste se encuentra generalmente de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas, más preferentemente de 0,1 a 2 horas. La reacción se puede terminar una vez que se ha obtenido la composición deseada de alcóxido de alquilestaño. El progreso de la reacción se puede determinar midiendo la cantidad de agua que se extrae hacia fuera del sistema, y también se puede determinar tomando muestras del líquido de reacción y llevando a cabo ^{119}Sn -RMN. Con el fin de que la mezcla, según la presente invención, pueda ser producida en la etapa 1, la reacción se termina una vez que se ha confirmado que se ha obtenido la composición de alcóxido de alquilestaño para la cual la relación molar entre el tetraalquildialcoxidiestanoxano y el dialcóxido de dialquilestaño contenidos en la composición se encuentra en un intervalo de 0:100 a 80:20, más preferentemente de 10:90 a 70:30. La composición se puede utilizar en un estado con el alcohol presente como tal, o, en algunos casos, se puede utilizar después de eliminar el alcohol por destilación. Es preferente eliminar el alcohol tanto como sea posible, ya que entonces existe la ventaja de que el reactor se puede hacer más pequeño en otras etapas. Como procedimiento de eliminación, es preferente la

eliminación por destilación de conocimiento público, y, además, se puede utilizar equipos de destilación públicamente conocidos como el aparato de destilación utilizado en la destilación. Como aparato de destilación preferente, se puede utilizar preferentemente un aparato de destilación de película delgada, ya que entonces el alcohol se puede eliminar en un tiempo corto. No hay limitaciones particulares sobre la forma del reactor para la reacción de deshidratación, siendo posible utilizar un reactor de tanque o reactor de columna de conocimiento público. Una mezcla de reacción de bajo punto de ebullición que contiene agua se extrae del reactor por destilación en forma gaseosa, y una mezcla de reacción de alto punto de ebullición que contiene el alcóxido de alquilestaño producido o la mezcla de alcóxido de alquilestaño se retira de una parte inferior del reactor en forma líquida. Para el reactor, se puede utilizar cualquiera de los diversos tipos conocidos públicamente, por ejemplo, un tipo de reactor, tal como un reactor de tanque agitado, un reactor de tanque agitado de etapas múltiples, una columna de destilación, una columna de destilación de etapas múltiples, un reactor multitubular, una columna de destilación de etapas múltiples continuo, una columna rellena, un evaporador de película delgada, un reactor que tiene un soporte en el mismo, un reactor de circulación forzada, un evaporador de película descendente, un evaporador de goteo, un reactor de fase de goteo, o una columna de burbujas, o de un tipo en el que se combinan dichos reactores. Desde el punto de vista de desplazar el equilibrio de alquilestaño hacia el lado del sistema de los productos, es preferente un procedimiento que utiliza un reactor de columna, y, además, es preferente una estructura para la que el área de contacto gas-líquido es grande de manera que el agua producida se pueda desplazar rápidamente hacia la fase gaseosa. Se puede utilizar un procedimiento continuo que utiliza un reactor multitubular, una columna de destilación de etapas múltiples, o una columna de relleno rellena con un relleno, pero el óxido de dialquilestaño utilizado en la presente etapa es generalmente sólido, y, por lo tanto, lo más preferente es un procedimiento en el que la reacción se lleva a cabo, en primer lugar, en un reactor de tanque y, a continuación, el contenido de alcóxido de dialquilestaño se aumenta en un reactor en columna. El material del reactor puede ser cualquier material conocido públicamente que no tenga un efecto adverso, pero SUS 304, SUS 316, SUS 316L o similares son económicos y, por lo tanto, se pueden utilizar preferentemente. Se puede añadir, según se requiera, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipos de proceso de conocimiento público tal como un generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración natural, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico.

ii) Etapa de regeneración de alcóxido de alquilestaño (etapa 7)

Esta etapa es una etapa que se lleva a cabo después de que se ha obtenido el líquido residual en la etapa 6, pero es similar a la etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño anterior, y, por lo tanto, se describirá a continuación. Esta etapa es una etapa en la que se somete el líquido residual obtenido en la etapa 6 a una reacción de deshidratación con un alcohol representado por la siguiente fórmula (3), de manera que se regenera el alcóxido de alquilestaño:



en la que R^{11} es el mismo que R en los grupos OR en la mezcla en la etapa 1.

$R^{11}OH$ es un alcohol que corresponde a R en los grupos OR en la mezcla en la etapa 1; los grupos OR en la mezcla son los grupos alcoxi (grupos OR) obtenidos mediante la etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño anterior, y por lo tanto se utiliza el mismo alcohol para el alcohol representado por la fórmula (3) como el alcohol representado por la fórmula química (30) utilizado en el inicio. Los ejemplos de este alcohol incluyen alcoholes dados como ejemplos para la fórmula química (30). Las condiciones para la reacción de deshidratación son también preferentemente como para la etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño descrito anteriormente. La cantidad del alcohol utilizado se encuentra en un intervalo de 2 a 10 equivalentes molares basado en el número de moles de átomos de estaño contenidos en el líquido residual, siendo la cantidad del alcohol preferentemente alta a fin de aumentar la proporción de alcóxido de alquilestaño en la composición de alcóxido de alquilestaño producida y/o aumentar la velocidad de producción. Sin embargo, considerando el tamaño del reactor y entre otros, la cantidad de alcohol es preferentemente baja. Un intervalo preferente, por lo tanto, se encuentra de 4 a 80 equivalentes molares, más preferentemente de 4 a 50 equivalentes molares. La reacción se puede finalizar una vez que se ha obtenido la composición de alcóxido de alquilestaño deseada. El progreso de la reacción se puede determinar mediante la medición de la cantidad de agua que se extrae hacia fuera del sistema, y también se puede determinar mediante el muestreo del líquido de reacción y llevando a cabo ^{119}Sn -RMN. Con el fin de que la mezcla, según la presente invención, puede ser producida en la etapa 1, la reacción se finaliza una vez que se ha confirmado que se ha obtenido la composición de alcóxido de alquilestaño para la cual la relación molar entre el tetraalquildialcoxidiestanoxano y el alcóxido de alquilestaño contenidos en la composición se encuentra en un intervalo de 0:100 a 80:20, más preferentemente de 10:90 a 70:30. La composición se puede utilizar en un estado con el alcohol presente como tal, o, en algunos casos se puede utilizar después de eliminar el alcohol por destilación. Es preferente eliminar tanto alcohol como sea posible, ya que entonces existe la ventaja de que el reactor se puede hacer más pequeño en otras etapas. Como procedimiento de eliminación, es preferente la eliminación por destilación de conocimiento público, y además se puede utilizar equipamiento de destilación públicamente conocido como un aparato de destilación utilizado en la destilación. Como aparato de destilación preferente, se puede utilizar preferentemente un aparato de destilación de película delgada ya que entonces el

alcohol se puede eliminar en un tiempo corto. La presente etapa se diferencia de la etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño en que no se utiliza el óxido de dialquilestaño que es generalmente sólido, y por lo tanto, existen pocas restricciones para el reactor. Por lo tanto, no hay limitaciones particulares sobre la forma del reactor para la reacción de deshidratación, siendo posible utilizar el reactor de tanque o reactor de columna públicamente conocido. Una mezcla de reacción de bajo punto de ebullición que contiene agua se extrae del reactor por destilación en forma gaseosa, y una mezcla de reacción de alto punto de ebullición que contiene el alcóxido de alquilestaño producido o la mezcla de alcóxido de alquilestaño se retira de una parte inferior del reactor en forma líquida. Para el reactor, se puede utilizar cualquiera de los diversos tipos conocidos públicamente, por ejemplo, un tipo de reactor, tal como un reactor tanque agitado, un reactor de tanque agitado de etapas múltiples, una columna de destilación, una columna de destilación de etapas múltiples, un reactor multitubular, una columna de destilación de etapas múltiples continuo, una columna rellena, un evaporador de película delgada, un reactor que tiene un soporte en el mismo, un reactor de circulación forzada, un evaporador de película descendente, un evaporador de goteo, un reactor de fase de goteo, o una columna de burbujas, o de un tipo en el que se combinan los reactores de este tipo. Desde el punto de vista de desplazar el equilibrio de manera eficiente hacia el lado del sistema de los productos, es preferente un procedimiento que utiliza un reactor de columna, y, además, es preferente una estructura para la que el área de contacto gas-líquido es grande de manera que el agua producida se pueda desplazar rápidamente hacia la fase gaseosa. Es parcialmente preferente un procedimiento continuo que utiliza un reactor multitubular, una columna de destilación de etapas múltiples, o una columna de relleno rellena con un relleno. El material del reactor y de las conducciones puede ser cualquier material conocido públicamente que no tenga un efecto adverso, pero SUS 304, SUS 316, SUS 316L o similares son económicos y, por lo tanto, se pueden utilizar preferentemente. Se puede añadir, según se requiera, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipos de proceso de conocimiento público tal como un generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración natural, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico.

iii) Etapa de producción de carbonato (etapa 3)

Tal como se describió anteriormente, cuando se inicia la reacción continua, los alcóxidos de alquilestaño de la etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño se pueden transferir directamente a la etapa de producción de carbonato a fin de producir el carbonato, o estos alcóxidos de alquilestaño se pueden utilizar para obtener la mezcla, según la presente invención utilizando dióxido de carbono fresco, con la mezcla siendo transferida, a continuación, a fin de producir el carbonato.

Como procedimiento para producir el carbonato a partir de la composición alcóxido de alquilestaño transferida desde la etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño y/o la mezcla producida en la etapa 1, se puede utilizar preferentemente un procedimiento de producción de carbonato dado a conocer previamente por los presentes inventores (por ejemplo, WO 03/055840, WO 04/014840, etc). Como las condiciones de reacción, el líquido de reacción que contiene carbonato líquido se puede obtener haciendo reaccionar de 0,1 a 10 horas a una temperatura en un intervalo de 110 a 200°C, preferentemente de 120 a 180°C, y una presión de reacción en un intervalo de 1,5 MPa a 20 MPa, preferentemente de 2,0 MPa a 10 MPa. La reacción se finaliza preferentemente una vez que se ha producido el carbonato deseado en el reactor. El progreso de la reacción se puede confirmar mediante un muestreo del líquido de reacción en el reactor, y el análisis del carbonato producido utilizando un procedimiento tal como cromatografía de gases. Por ejemplo, la reacción se puede finalizar una vez que se ha producido, como mínimo, el 10% en base al número de moles del alcóxido de dialquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de dialquilestaño contenidos en los alcóxidos de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño transferido en el reactor, y en el caso de que desee aumentar el rendimiento de carbonato, la reacción puede continuarse hasta que este valor sea, como mínimo, del 90% antes de que se finalice. Como reactor, se puede utilizar un reactor públicamente conocido, siendo preferente utilizar un reactor de columna o un reactor de tanque. El material del reactor y de las conducciones puede ser cualquier material conocido públicamente que no tenga un efecto adverso, pero SUS 304, SUS 316, SUS 316L o similares son económicos y, por lo tanto, se pueden utilizar preferentemente. Se puede añadir, según se requiera, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipos de proceso de conocimiento público tal como un generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración natural, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico.

iv) Etapa de liberación de dióxido de carbono (etapa 4)

El líquido de reacción obtenido en la etapa 3 se retira continuamente, y el dióxido de carbono no utilizado contenido en el líquido de reacción se elimina del líquido de reacción como un componente gaseoso. La temperatura en esta etapa depende de la presión, pero se encuentra en un intervalo de 80 a 200°C, y teniendo en cuenta la productividad, se encuentra preferentemente en un intervalo de 100 a 200°C; a altas temperaturas puede ocurrir la termólisis de compuestos de estaño contenidos en la mezcla, y por lo tanto más preferente es un intervalo de 100 a 150°C. La presión depende de la temperatura, pero se utiliza generalmente una presión de desde la presión normal a presión reducida, y teniendo en cuenta la productividad, es particularmente preferente un intervalo de 100 Pa a 80

kPa, siendo lo más preferente de 100 Pa a 50 kPa. La presente etapa se puede llevar a cabo durante un tiempo en el intervalo de 0,01 a 10 horas, pero en el caso de llevar a cabo la etapa por un largo tiempo, a altas temperaturas puede ocurrir la termólisis de compuestos de estaño contenidos en la mezcla, y por lo tanto, una intervalo de 0,01 a 0,5 horas, siendo lo más preferente un intervalo de 0,01 a 0,3 horas. La presente etapa se puede finalizar una vez que se ha retirado como mínimo, el 20% del dióxido de carbono no utilizado, o en el caso de que desee aumentar la relación de utilización del dióxido de carbono no utilizado, se puede finalizar una vez que se ha retirado, como mínimo, el 90%. Teniendo en cuenta la utilización de dióxido de carbono de forma eficiente, es preferente retirar tanta cantidad de dióxido de carbono no utilizado como sea posible como el componente gaseoso. Como reactor, se puede utilizar un reactor públicamente conocido, siendo preferente utilizar un reactor de columna o un reactor de tanque. El reactor más preferente es un evaporador de película delgada o un aparato de destilación de película delgada. El material del reactor y de las conducciones puede ser cualquier material conocido públicamente que no tenga un efecto adverso, pero SUS 304, SUS 316, SUS 316L o similares son económicos y, por lo tanto, se pueden utilizar preferentemente. Se puede añadir, según se requiera, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipos de proceso de conocimiento público tal como un generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración natural, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico.

v) Etapa de reciclado de dióxido de carbono gaseoso no utilizado (etapa 5)

Esta es una etapa de reciclado del dióxido de carbono gaseoso separado en la etapa 4 a la etapa 1. El dióxido de carbono retirado en la etapa 4 se transfiere al reactor de la etapa 1, y además se ajusta a la presión utilizada en la etapa 1. Específicamente, las condiciones de reacción en la etapa 1 es desde la presión normal a 1 MPa, y con el fin de que la mezcla obtenida en la etapa 1 exista de forma estable, es más preferente un intervalo de presión normal a 0,6 MPa; el dióxido de carbono gaseoso retirado en la etapa 4 es, por lo tanto, ajustado a dicha presión. Un método públicamente conocido se puede utilizar como el método de ajuste de la presión. Ejemplos de los mismos incluyen un método que utiliza una turbina de chorro, y un método que utiliza un compresor. Al mismo tiempo, en el caso de que el dióxido de carbono gaseoso contiene impurezas, la purificación se puede llevar a cabo en la presente etapa. El material del reactor y de las conducciones puede ser cualquier material conocido públicamente que no tenga un efecto adverso, pero SUS 304, SUS 316, SUS 316L o similares son económicos y, por lo tanto, se pueden utilizar preferentemente. Se puede añadir, según se requiera, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipos de proceso de conocimiento público tal como un generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración natural, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico.

vi) Etapa de producción del complejo de dióxido de carbono (etapa 1)

La composición alcóxido de alquilestaño suministrada en esta etapa se puede suministrar desde la etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño tras el inicio o puede ser suministrado desde la etapa de regeneración de alcóxido de alquilestaño, es decir, la etapa 7, durante la producción continua. Como dióxido de carbono gaseoso utilizado, se suministra dióxido de carbono fresco tras el inicio, y se suministra dióxido de carbono reciclado desde la etapa 5 durante la producción continua. Durante la producción continua, también se puede suministrar dióxido de carbono fresco junto con el dióxido de carbono reciclado. El dióxido de carbono se puede suministrar de forma continua o de forma intermitente. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño se puede obtener mediante la absorción de dióxido de carbono gaseoso en la composición alcóxido de alquilestaño, y provocando una reacción química. Cuando se lleva a cabo la reacción química, la reacción se lleva a cabo con la composición alcóxido de alquilestaño en forma líquida o licuada. El método de calentamiento se puede utilizar preferentemente para la licuefacción. Además, tal como se describió en la sección sobre la producción de la mezcla, según la presente invención, la licuefacción también se puede llevar a cabo utilizando un disolvente o similares. La presión de la reacción depende de la temperatura de reacción, pero preferentemente se encuentra en un intervalo de presión normal a 1 MPa, y con el fin de que la mezcla, según la presente invención obtenida exista de forma estable, es más preferente un intervalo de presión normal a 0,6 MPa. La temperatura de reacción depende de la presión de reacción, pero en el caso de alta temperatura y alta presión un carbonato se produce fácilmente de manera que la mezcla, según la presente invención, tiende a no existir más de forma estable, y por lo tanto para obtener la mezcla, según la presente invención, es preferente un intervalo de -40 a 80 °C, además, el objetivo de la mezcla, según la presente invención, es que sea transferida a la etapa 2, y por lo tanto, teniendo en cuenta la fluidez durante la transferencia, es más preferente un intervalo de 0 a 80°C, siendo el intervalo más preferente de temperatura ambiente (aproximadamente 20°C) a 80°C. La reacción se lleva a cabo preferentemente con un tiempo de reacción de desde unos pocos segundos a 100 horas, y teniendo en cuenta la productividad entre otros es preferente un intervalo desde unos pocos minutos a 10 horas. Como reactor, se puede utilizar un reactor de tanque o reactor de columna de conocimiento público. Además, se puede utilizar una pluralidad de reactores en combinación. La eficiencia de absorción de dióxido de carbono de la composición de alcóxido de alquilestaño es mayor para el compuesto representado por la fórmula (1) que para el compuesto representado por la fórmula (2) a alta temperatura, y, por lo tanto, es preferente llevar a cabo la reacción mientras se controla las temperaturas individuales en la pluralidad de reactores de acuerdo con la relación entre los compuestos de fórmulas (1) y (2) en la

composición. La reacción es una reacción entre el dióxido de carbono gaseoso (un gas) y la composición alcóxido de alquilestaño (un líquido), y por lo tanto para llevar a cabo la reacción de manera eficiente, es preferente hacer grande la interfase de gas-líquido, de modo que el área de contacto gas-líquido es grande. Se puede utilizar un método de conocimiento público para llevar a cabo la reacción con una interfase gas-líquido grande. Por ejemplo, con un reactor de tanque, es preferente un método en el que la velocidad de agitación se aumenta o se forman burbujas de gas en el líquido, mientras que con un reactor de columna, es preferente un método en el que se utiliza una columna de relleno o una columna de bandejas. Como ejemplos de dicho reactor de columna, se puede utilizar, por ejemplo, una columna de bandejas que utiliza bandejas, tales como bandejas de tapón de burbuja, bandejas de tamiz, bandeja de válvula o bandejas a contracorriente o una columna de relleno rellena de cualquiera de los diferentes rellenos, tales como anillos Raschig, anillos Lessing, anillos Pall, "sillas de montar" Berl, "sillas de montar" Intalox, un relleno Dixon, un relleno McMahon, Heli-Pak, un relleno Sulzer o Mellapak. El material del reactor y de las conducciones puede ser cualquier material conocido públicamente que no tenga un efecto adverso, pero SUS 304, SUS 316, SUS 316L o similares son económicos y, por lo tanto, se pueden utilizar preferentemente. Se puede añadir, según se requiera, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipos de proceso de conocimiento público tal como un generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración natural, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico. La reacción es generalmente una reacción exotérmica, y por lo tanto se puede llevar a cabo refrigeración, o el reactor se puede dejar que se enfríe a través de la disipación del calor. Alternativamente, si el objetivo es llevar a cabo una reacción de producción de carbonato al mismo tiempo, entonces, se puede llevar a cabo el calentamiento. Se puede utilizar para enfriar o calentar el reactor un método públicamente conocido, por ejemplo un método que utiliza una camisa, o un método utiliza un serpentín interno. El dióxido de carbono gaseoso y la composición de alcóxido de alquilestaño suministrados al reactor se pueden suministrar al reactor por separado, o se pueden mezclar entre sí antes de ser suministrado al reactor. El suministro se puede llevar a cabo desde una pluralidad de sitios en el reactor. La finalización de la reacción se puede determinar mediante análisis de RMN tal como se describió anteriormente. La mezcla en el líquido de reacción se analiza, y la reacción se finaliza una vez que se ha obtenido una mezcla para la cual, en la que siendo Z el número de moles de los átomos de estaño en el alcóxido de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla, siendo (CO₂) el dióxido de carbono incorporado en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y el dióxido de carbono contenido en la mezcla, y siendo (OR) los grupos contenidos en la mezcla, en la que O en cada uno de los grupos OR representa un átomo de oxígeno, y R representa un grupo alifático o un grupo aralquilo, siendo (i) R de un grupo OR que forma un enlace estaño-OR y/o (ii) R de un grupo OR que forma un enlace -O-(CO)-OR en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, en una relación $Z:(CO_2)_x:(OR)_y$, la proporción molar representada por x está en el intervalo de 0,1 a 2, y la proporción molar representada por y está en un intervalo de 0,5 a 2. x se encuentra preferentemente en un intervalo de 0,1 a 1,5 más preferentemente de 0,5 a 1,5, e y se encuentra preferentemente en un intervalo de 0,5 a 1,5. En el caso de que el valor de x o y se desvíe de dicho intervalo preferente, se puede llevar a cabo el ajuste suministrando alcóxidos de alquilestaño desde la etapa de síntesis de alcóxido de alquilestaño o la etapa de regeneración de alcóxido de alquilestaño.

vii) Etapa de transferencia del complejo de dióxido de carbono (etapa 2)

La mezcla obtenida en la etapa 1 se puede transferir en forma líquida o licuada, y por lo tanto es muy fácil llevar a cabo la transferencia cuantitativamente utilizando una bomba de alimentación de líquido o similar. La mezcla está destinada a ser transferida en forma líquida o licuada, pero en algunos casos se puede transferir en un estado sólido. La mezcla se transfiere preferentemente en forma líquida o licuada. Cuando se transfiere la mezcla líquida o licuada, para transferir la mezcla de forma estable, es preferente llevar a cabo la transferencia preferentemente a una temperatura en el intervalo de -40 a 80°C. Además teniendo en cuenta la fluidez durante la transferencia, es más preferente un intervalo de 0 a 80°C, siendo el intervalo más preferente de temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C) a 80 °C. Se pueden añadir otros componentes a la mezcla, siempre que la transferencia de la mezcla y la recuperación y utilización de dióxido de carbono no estén afectadas. Ejemplos de dichos componentes que no afectan incluyen alcoholes alquílicos primarios, otros componentes de estaño (por ejemplo, un tetraalquilestaño, tetraalcoxiestaño, o un hidróxido de monoalquilestaño, y siempre que la transferencia esté afectada también puede estar contenido un óxido de dialquilestaño u óxido de estaño), disolventes (disolventes de éter, disolventes aromáticos, disolventes alifáticos etc que no afecten adversamente la transferencia), y gases inertes (por ejemplo, nitrógeno gaseoso, argón gaseoso, helio gaseoso, metano gaseoso, dióxido de carbono gaseoso, etc.) Ejemplos de disolventes incluyen metanol, etanol, propanol (isómeros), butanol (isómeros) pentanol (isómeros), hexanol (isómeros), heptanol (isómeros), tetrahidrofuran, dioxano, benceno, tolueno, y xileno (isómeros), en el caso de utilizar un alcohol, es preferente en términos de la estabilidad de la mezcla utilizar un alcohol que tiene un grupo alquilo que es el mismo que el grupo alquilo en los grupos alcoxi de un alcóxido de alquilestaño contenido en la composición de alcóxido de alquilestaño. La presión durante la transferencia se encuentra preferentemente en un intervalo desde presión normal a 1 MPa, y con el fin de que la mezcla obtenida exista de forma estable, es más preferente un intervalo desde presión normal a 0,6 MPa, siendo el intervalo más preferente desde presión normal a 0,6 MPa. La presente etapa es una etapa de transferencia a la etapa 3, y en la etapa de suministro de la mezcla al reactor en la etapa 3, la presión puede ser diferente a la anterior. La mezcla es una mezcla estable, pero está sujeta a hidrólisis como con un alcóxido de metal común, y, por lo tanto, durante la

transferencia, es preferente prestar atención al agua en un grado que sería evidente para un experto en la materia. En el caso de que la mezcla contiene carbonato, el contenido de carbonato es preferentemente no mayor del 20% molar basado en el número de moles del tetraalquildialcoxidiestanoxano en la composición de alcóxido de alquilestaño en la mezcla, y en el caso de que la composición contiene óxido de dialquilestaño, el contenido de carbonato es preferentemente también no mayor del 20% molar basado en el óxido de dialquilestaño. Esto es porque en el caso que está presente el carbonato, se puede producir un exceso de dióxido de carbono, y, por lo tanto, la mezcla puede llegar a ser inestable. Además, no es deseable que la mezcla contenga el carbonato, ya que entonces la cantidad de carbonato de nueva producción puede disminuir. Para la transferencia de la mezcla, según la presente invención, el material de una conducción de transferencia o similar, puede ser cualquier material conocido públicamente que no tiene un efecto adverso, pero SUS 304, SUS 316, SUS 316L o similar son económicos y, por lo tanto, se pueden utilizar preferentemente. Se puede añadir, según se requiera, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipos de proceso de conocimiento público tal como un generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración natural, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico.

viii) Etapa de separación de carbonato (etapa 6)

Esta etapa es una etapa de separación del carbonato del líquido de reacción que queda después de que se ha recuperado el dióxido de carbono gaseoso no utilizado en la etapa 4, obteniendo así un líquido residual. Para el procedimiento de separación, se pueden utilizar adecuadamente un procedimiento y un aparato de conocimiento público. Un procedimiento preferente es aquel que utiliza destilación. El líquido de reacción transferido desde la etapa 4 se somete a destilación por lotes, estilo semilotes, o continua, a fin de obtener el carbonato y el líquido residual. Un procedimiento de destilación preferente es aquel en el que se suministra el líquido de reacción a un aparato de destilación, y el carbonato se separa del sistema desde una parte superior del aparato de destilación como un componente de la fase gaseosa, mientras que el líquido residual se retira de la parte inferior del aparato de destilación como un componente líquido. La temperatura en la presente etapa depende del punto de ebullición del carbonato y la presión, pero se encuentra preferentemente en un intervalo desde temperatura ambiente (por ejemplo 20°C) a 200°C, y debido a que puede producirse la termólisis de los compuestos de estaño a altas temperaturas en el líquido residual o la cantidad de carbonato puede disminuir mediante una reacción inversa, es particularmente preferente un intervalo desde temperatura ambiente (por ejemplo 20°C) a 150°C. La presión depende del tipo del carbonato y la temperatura utilizados, pero se encuentra generalmente desde presión normal a presión reducida, y teniendo en cuenta la productividad, es preferente un intervalo de 100 Pa a 80 kPa, siendo especialmente preferente de 100 Pa a 50 kPa. La presente etapa se puede llevar a cabo durante un tiempo en un intervalo de 0,01 a 10 horas, pero en el caso de llevar a cabo la etapa durante un tiempo largo, puede producirse a altas temperaturas la termólisis de compuestos de estaño en el líquido residual o la cantidad de carbonato puede disminuir mediante una reacción inversa, y, por lo tanto, es preferente un intervalo de 0,01 a 0,5 horas, siendo particularmente preferente un intervalo de 0,01 a 0,3 horas. Como aparato de destilación, se pueden utilizar preferentemente un aparato de destilación públicamente conocido, un aparato de destilación de tipo columna o un aparato de destilación de tipo tanque, o se pueden utilizar en combinación una pluralidad de dichos aparatos. Un aparato de destilación particularmente preferente es un evaporador de película delgada o un aparato de destilación de película delgada, siendo lo más preferente un evaporador de película delgada o aparato de destilación de película delgada que tiene una columna de destilación. El material del aparato de destilación y de las conducciones puede ser cualquier material conocido públicamente que no tenga un efecto adverso, pero SUS 304, SUS 316, SUS 316L o similares son económicos y, por lo tanto, se pueden utilizar preferentemente. Se puede añadir, según se requiera, instrumentación tal como un medidor de flujo y un termómetro, y equipos de proceso de conocimiento público tal como un generador de vapor ("reboiler"), una bomba y un condensador, y se puede utilizar para el calentamiento un método públicamente conocido tal como vapor o un calentador, mientras que se puede utilizar para la refrigeración un método públicamente conocido tal como refrigeración natural, refrigeración por agua o solución saturada de cloruro sódico.

Las etapas respectivas se han descrito en detalle anteriormente, pero se pueden añadir según sea necesario otras etapas tal como se describen a continuación. Por ejemplo, se puede añadir un etapa o aparato, en el alcance evidente para una persona experta en la materia, tal como una etapa de separación de la materia de termólisis producida a partir de un alcóxido de alquilestaño, una etapa de eliminación de un subproducto del sistema, una etapa de purificación del alcohol, una etapa de purificación del carbonato, o una etapa de disposición de un subproducto mediante incineración o similar.

El carbonato obtenido por el procedimiento anterior se puede utilizar adecuadamente como material de partida para un policarbonato, material de partida para un isocianato, o material de partida para otro producto químico, o como un electrolito de una batería tal como una batería de iones de litio. Mediante el procedimiento anterior, el dióxido de carbono, que hasta ahora ha sido descargado a la atmósfera sin ser utilizado puede ser recuperado y reutilizado eficazmente, y, por lo tanto, el procedimiento es muy útil industrialmente.

Además, según el procedimiento de la presente invención, la recuperación del dióxido de carbono gaseoso se puede

llevar a cabo en un sistema no acuoso, y, además, se puede llevar a cabo en condiciones suaves con una temperatura de reacción de recuperación no mayor de 100 °C. Además, incluso si el dióxido de carbono gaseoso contiene agua, el agua se consume mediante la hidrólisis del alcóxido de alquilestaño, y, por lo tanto, el dióxido de carbono gaseoso descargado de la mezcla después de la recuperación (en el caso de que hay un exceso de agua, la materia sólida también se puede producir mediante la reacción de hidrólisis) se puede extraer con un contenido de agua muy bajo. La presente invención, por lo tanto, es muy útil industrialmente.

Ejemplos

A continuación, se presenta una descripción detallada de la presente invención mediante ejemplos. Sin embargo, la presente invención no está limitada a estos ejemplos. Aparte de los siguientes ejemplos, una persona experta en la materia podría poner en práctica la presente invención con diversas modificaciones dentro del alcance de las reivindicaciones de la memoria descriptiva de la presente solicitud, y dichas modificaciones se considerarán incluidas en el ámbito de las reivindicaciones de la presente solicitud.

Métodos de análisis

1) Método de análisis de RMN

Aparato: Sistema JNM-A400 FT-RMN fabricado por JEOL Ltd., Japón

(1) Producción de las muestras de análisis de ^1H -RMN / ^{13}C -RMN / ^{119}Sn -RMN

Se pesaron 0,3 g de un compuesto de estaño, y aproximadamente se añadieron 0,7 g de cloroformo deuterado (fabricado por Aldrich, 99,8%) y 0,08 g de tetrametilestaño (fabricado por Wako, Wako 1^{er} Grado) como estándar interno de ^{119}Sn -RMN, y la solución se mezcló hasta uniformidad, obteniendo así una muestra de análisis de RMN.

(2) Método de análisis cuantitativo

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

(3) Método de cálculo del rendimiento de alcóxido de alquilestaño

El rendimiento de alcóxido de alquilestaño se calculó como % molar producido, siendo éste el número de moles de átomos de estaño en cada alcóxido de alquilestaño obtenido basado en el número de moles de átomos de estaño en el material de partida de óxido de dialquilestaño de partida.

2) Método de análisis del agua

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

(1) Método de análisis cuantitativo para la muestra líquida

La muestra de análisis se recogió utilizando una jeringa y se midió el peso, y, a continuación, la muestra se inyectó como tal en el medidor de agua y se midió la cantidad de agua. Después de eso, el peso de la jeringa se midió de nuevo, y, por lo tanto, se calculó la cantidad de muestra inyectada, y, a continuación, se determinó el contenido de agua en la muestra.

(2) Método de análisis cuantitativo para la muestra gaseosa

La muestra de análisis se recogió utilizando una jeringa hermética al gas, y se inyectó como tal en el medidor de agua y se midió la cantidad de agua. Se determinó el contenido de agua basado en el volumen de la muestra inyectada.

3) Método de análisis de cromatografía de gases para el carbonato

Aparato: Sistema GC-2010 fabricado por Shimadzu Corporation, Japón

(1) Producción de la solución de análisis de muestras

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

(2) Condiciones de análisis de cromatografía de gases

Columna: DB-1 (fabricado por J&W Scientific, EE.UU.)
 Fase líquida: 100% de dimetilpolisiloxano
 Longitud: 30 m
 Diámetro interior: 0,25 mm
 Espesor de película: 1 µm
 Temperatura de la columna: 50 °C (aumento de 10 °C/min) 300 °C
 Temperatura de inyección: 300 °C
 Temperatura del detector: 300 °C
 Método de detección: FID

(3) Método de análisis cuantitativo

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

4) Método de análisis de cromatografía de gases para el dióxido de carbono gaseoso

Aparato: Sistema GC-14B fabricado por Shimadzu Corporation, Japón

(1) Pretratamiento de la muestra de análisis

Se añadió una solución acuosa de ácido sulfúrico a la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono, y el dióxido de carbono gaseoso producido se recogió utilizando una jeringa estanca a los gases y se llevó a cabo el análisis.

(2) Condiciones de análisis de cromatografía de gases

Columna: Gel de sílice 60 a 80 (columna SUS)
 Longitud: 3 m
 Diámetro interior: 3 mm
 Temperatura de la columna: 70 °C
 Temperatura de inyección: 200 °C
 Temperatura del detector: 100 °C
 Método de detección: TCD

(3) Método de análisis cuantitativo

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

Ejemplo 1

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se colocaron 672 g (2,7 mol) de óxido de dibutilestano (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1900 g (21,5 mol) de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectado al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió gradualmente, de manera que pasara nitrógeno al sistema, y de esta manera devolviera el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó aproximadamente a 145 °C, y el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y el calentamiento rotacional durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, después de lo cual la mezcla líquida hirvió, y, por lo tanto, comenzó la separación por destilación de 3-metil-1-butanol que contenía agua. Este estado se mantuvo durante 7 horas y, a continuación, la válvula de purga se cerró, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y el exceso de 3-metil-1-butanol se separó por destilación con la presión en el sistema de 74 a 35 kPa. Una vez que el destilado dejó de salir, el matraz se sacó del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 880 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ¹¹⁹Sn-, ¹H-, y ¹³C-RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 99%, basado en el óxido de

dibutilestano. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin de producir 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contenía el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano producido en la etapa A se suministró a razón de 1200 g/h a partir de una conducción de transferencia -4- en un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 23000 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 20000 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 322 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, en la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestano que contiene dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó desde una conducción de transferencia -8- a través de un condensador -132-. La composición alcóxido de alquilestano se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, esta composición que contiene aproximadamente el 99% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estano. La composición se enfrió aproximadamente a 15 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 1490 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) rellena con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a presión normal aproximadamente a 90 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 20 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a presión normal a una temperatura de 20 °C a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,03$ e $y = 1,99$.

Los resultados de los análisis de RMN se muestran en la figura 12 (^{119}Sn -RMN), figura 13 (^{13}C -RMN), y figura 14 (^1H -RMN). (^{119}Sn -RMN (en base a tetrametilestano): -212,2 ppm; ^1H -RMN (en base a tetrametilestano): 3,97 ppm (2H, t), 3,73 ppm (2H, ancho), 1,71-1,59 ppm (6H, m), 1,49-1,28 ppm (12H, m), 0,80-0,90 ppm (18H, m); ^{13}C -RMN: 158,4 ppm, 65,0 ppm, 63,9 ppm, 42,4 ppm, 37,6 ppm, 26,7 ppm, 26,4 ppm, 25,0 ppm, 24,6 ppm, 22,4 ppm, 22,1 ppm, 13,1 ppm.)

Ejemplo 2

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se colocaron 672 g (2,7 mol) de óxido de dibutilestano (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1102 g (10,8 mol) de 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectados al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió gradualmente, de manera que pasara nitrógeno al sistema, y de esta manera devolviera el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó aproximadamente a 157 °C, y el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y

el calentamiento rotacional durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, y, a continuación, la válvula de purga se cerró, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se destiló 2-etil-1-butanol con la presión en el sistema de 84 a 65 kPa. Este estado se mantuvo durante 2 horas, y, a continuación, la presión en el sistema se redujo aún más, y se destiló el exceso de 2-etil-1-butanol. Una vez que el destilado dejó de salir, el matraz se sacó del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 883 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-etilbutiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 99%, basado en el óxido de dibutilestaño. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin de preparar 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano se suministró a razón de 1500 g/h a partir de una conducción de transferencia -4- en un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 24000 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 31 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 16000 g/h de 2-etil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 448 g/h de 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- y mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 2-etil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(2-etilbutiloxi)estaño desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 2-etil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y conducción de transferencia -4-. La composición alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, esta composición que contiene aproximadamente el 90% en peso de dibutil-bis(2-etilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 10% en peso de 2-etil-1-butanol. La composición se enfrió aproximadamente a 0 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a un caudal aproximadamente de 2100 g/h a través de una conducción de transferencia -7- hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración. Se utilizó un reactor de columna, de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 650 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 1 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 0 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono era un líquido, y se transfirió a una temperatura de 0 °C y a una presión de 1 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en el complejo de dióxido de carbono ($\text{Z}:(\text{CO}_2)_x:(\text{OR})_y$) era tal que $x = 1,99$ e $y = 1,99$.

Ejemplo 3

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se colocaron 692 g (2,78 mol) de óxido de dibutilestaño (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2000 g (27 mol) de 1-butanol (fabricado por Wako, Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectados al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una

conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió gradualmente, de manera que pasara nitrógeno al sistema, y de esta manera devolviera el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó aproximadamente a 126 °C, y el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y el calentamiento rotacional durante aproximadamente 30 minutos a presión normal, tras lo cual la mezcla líquida hirvió, y, por lo tanto, comenzó la destilación de un componente de bajo punto de ebullición. Este estado se mantuvo durante 8 horas, y, a continuación, se cerró la válvula de purga, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se destiló el componente residual de bajo punto de ebullición con la presión en el sistema de 76 a 54 kPa. Una vez que el componente de bajo punto de ebullición dejó de salir, el matraz se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 952 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 99%, basado en el óxido de dibutilestaño. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin de preparar 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapla B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró a razón de 1200 g/h a partir de una conducción de transferencia -4- en un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Mellapak 750Y (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 1-butanol (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 25000 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 150 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 160 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 18000 g/h de 1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 283 g/h de 1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutoxi de dibutilestaño y se obtuvo 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó desde una conducción de transferencia -8- a través del condensador -132-. La composición alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 90% molar de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente el 10% molar de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 15 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a un caudal aproximadamente de 1545 g/h a través de una conducción de transferencia -7- hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a 0,4 MPa-G aproximadamente a 100 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 20 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono era un líquido, y se transfirió a una temperatura de 20 °C y a una presión de 0,4 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($\text{Z}:(\text{CO}_2)_x:(\text{OR})_y$) era tal que $x = 1,16$ e $y = 1,90$.

Ejemplo 4

Etapla A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se colocaron 700 g (1,94 mol) de óxido de dioctilestaño (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1700 g (19,3 mol) de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz

que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectados al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió gradualmente, de manera que pasaba nitrógeno al sistema, y de esta manera devolviera el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó aproximadamente a 143 °C, y el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y el calentamiento rotacional durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, tras lo cual la mezcla líquida hirvió, y, por lo tanto, comenzó la destilación de un componente de bajo punto de ebullición. Este estado se mantuvo durante 7 horas, y, a continuación, se cerró la válvula de purga, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se destiló el componente residual de bajo punto de ebullición con la presión en el sistema de 76 a 32 kPa. Una vez que el componente de bajo punto de ebullición dejó de salir, el matraz se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 864 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 99%, basado en el óxido de dioctilestaño. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin de preparar 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró a razón de 1200 g/h a partir de una conducción de transferencia -4- en un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 24000 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 20000 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 240 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó desde una conducción de transferencia -8- a través del condensador -132-. La composición alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 99% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño. La composición se enfrió aproximadamente a 50 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 1420 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a una presión de 0,4 MPa-G aproximadamente a 125 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 60 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a una temperatura de 60 °C y a una presión de 0,4 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurriera la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($\text{Z}:(\text{CO}_2)_x:(\text{OR})_y$) era tal que $x = 1,01$ e $y = 1,99$.

Ejemplo 5

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

5 Se colocaron 700 g (1,94 mol) de óxido de dioctilestaño (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1102 g (10,8 mol) de 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío

10 (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectado al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió gradualmente, de manera que pasara nitrógeno al sistema, y de esta manera devolvieron el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó aproximadamente a 157 °C, y el matraz se sumergió en el baño

15 de aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y el calentamiento rotacional durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, y, a continuación, la válvula de purga se cerró, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se destiló 2-etil-1-butanol que contiene agua con la presión en el sistema de 84 a 65 kPa. Este estado se mantuvo durante 2 horas, y, a continuación la presión en el sistema se redujo aún más, y se destiló el exceso de 2-etil-1-butanol. Una vez que el

20 destilado dejó de salir, el matraz se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 883 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 99%, basado en el óxido de dioctilestaño. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin

25 de preparar 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

30 Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano se suministró a razón de 3500 g/h a partir de una conducción de transferencia -4- en un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 6000 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La

35 temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 150 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 2 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 4000 g/h de 2-etil-1-butanol que contiene agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 390 g/h de 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón) a través de una

40 conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 2-etil-1-butanol purificado a través de la conducción de

45 transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(2-etilbutiloxi)estaño desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 2-etil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de

50 transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 60% molar de dioctil-bis(2-etilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 40% molar de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 70 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a un caudal aproximadamente de 3890 g/h a través de una conducción de

55 transferencia -7- hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la

60 figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a presión normal aproximadamente a 100 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó

65 aproximadamente a 80 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contenía complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se transfirió a una presión normal y una

temperatura de 80 °C a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,26$ e $y = 1,60$.

Ejemplo 6

Etapas A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se preparó 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en el ejemplo 3.

Etapas B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró a razón de 1200 g/h a partir de una conducción de transferencia -4- en un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Mellapak 750Y (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 1-butanol (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 25000 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 150 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 160 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 18000 g/h de 1-butanol que contiene agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 283 g/h de 1-butanol (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutóxido de dibutilestaño desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó desde una conducción de transferencia -8- a través del condensador -132-. La composición alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 85% en peso de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente el 15% en peso de 1-butanol (el contenido de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano no era mayor del 1% en peso). La composición se enfrió aproximadamente a -42 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a un caudal de aproximadamente 1666 g/h a través de una conducción de transferencia -7- hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a presión normal aproximadamente a 280 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a -40 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a una presión normal y una temperatura de -40 °C a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,58$ e $y = 1,99$.

Ejemplo 7

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura. 5. Se alimentaron aproximadamente 1000 g de dibutóxido de dibutilestaño preparado utilizando el mismo procedimiento que en el ejemplo 6 y aproximadamente 7200 g de alcohol bencílico (fabricado por Aldrich, EE.UU., grado deshidratado) a través de una conducción de transferencia -4- a un reactor de tanque -220- equipado con un agitador, y la mezcla líquida se calentó aproximadamente a 140 °C, a fin de producir dibutil-bis(benciloxi)estaño. Se recuperó alcohol bencílico que contiene 1-butanol producido en la reacción desde una conducción de transferencia -6-, y se transfirió una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(benciloxi)estaño a través de una conducción de transferencia -5- a un evaporador de película delgada -130-, en el que se evaporó el alcohol bencílico, y se recuperó a través de un condensador -132- y una conducción

de transferencia -8-. Se obtuvo la composición alcóxido de alquilestaño desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 99% en peso de dibutil-bis(benciloxi)estaño. La composición se enfrió aproximadamente a 15 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 1180 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a presión normal aproximadamente a 100 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 20 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a una presión normal y una temperatura de 20 °C a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurriera la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,75$ e $y = 1,99$.

Ejemplo 8

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 5. Se alimentaron aproximadamente 1000 g de dibutóxido de dibutilestaño preparado utilizando el mismo procedimiento que en el ejemplo 6 y aproximadamente 7500 g de 1-heptanol (fabricado por Aldrich, EE.UU., purificado por destilación anteriormente) a través de una conducción de transferencia -4- a un reactor de tanque -220- equipado con un agitador, y la mezcla líquida se calentó aproximadamente a 140 °C, a fin de producir dibutil-bis(heptiloxi)estaño. Se recuperó 1-heptanol que contiene 1-butanol producido en la reacción desde una conducción de transferencia -6-, y se transfirió una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(heptiloxi)estaño a través de una conducción de transferencia -5- a un evaporador de película delgada -130-, en el que se evaporó el 1-heptanol, y se recuperó a través de un condensador -132- y una conducción de transferencia -8-. Se obtuvo la composición alcóxido de alquilestaño desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 99% en peso de dibutil-bis(heptiloxi)estaño. La composición se enfrió aproximadamente a 100 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 1230 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a presión normal aproximadamente a 100 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 100 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a una presión normal y una temperatura de 100 °C a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,10$ e $y = 1,99$.

Ejemplo 9

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura. 5. Se alimentaron aproximadamente 1000 g de dimetóxido de dibutilestaño (fabricado por Aldrich, EE.UU.) y aproximadamente 7500 g de 1-propanol (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., grado deshidratado) a través de una conducción de transferencia -4- a un reactor de tanque -220- equipado con un agitador, y la mezcla líquida se calentó aproximadamente a 100 °C, a fin de producir dipropóxido de dibutilestaño. Se recuperó 1-propanol que contiene 1-metanol producido en la reacción desde una conducción de transferencia -6-, y se transfirió una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dipropóxido de dibutilestaño a través de una conducción de transferencia -5- a un evaporador de película delgada -130-, en el que se evaporó el 1-propanol, y se recuperó a través de un condensador -132- y una conducción de transferencia -8-. Se obtuvo la composición alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 92% en peso de dipropóxido de dibutilestaño y aproximadamente el 7% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(propiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 95 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 1175 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón,

tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a presión normal aproximadamente a 200 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 100 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a una presión normal y una temperatura de 100 °C a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,25$ e $y = 1,88$.

Ejemplo 10

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 5. Se alimentaron aproximadamente 1000 g de dibutóxido de dibutilestaño preparado utilizando el mismo procedimiento que en el ejemplo 6 y aproximadamente 7500 g de 2-etil-1-hexanol (fabricado por Aldrich, EE.UU.) a través de una conducción de transferencia -4- a un reactor de tanque -220- equipado con un agitador, y la mezcla líquida se calentó aproximadamente a 150 °C, a fin de producir dibutil-bis(2-etilhexiloxi)estaño. La presión en el sistema se redujo gradualmente y se recuperó 2-etil-1-hexanol que contiene 1-butanol producido en la reacción desde una conducción de transferencia -6-. Después de llevar a cabo la reacción durante aproximadamente 4 h, se transfirió una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(2-etilhexiloxi)estaño a través de una conducción de transferencia -5- a un evaporador de película delgada -130-, en el que se evaporó el 2-etil-1-hexanol, y se recuperó a través de un condensador -132- y una conducción de transferencia -8-. Se obtuvo la composición alcóxido de alquilestaño desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 95% en peso de dibutil-bis(2-etilhexiloxi)estaño. La composición se enfrió aproximadamente a 10 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 1297 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a presión de 0,4 MPa-G a aproximadamente a 150 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 20 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a una temperatura de 20 °C y a una presión de 0,4 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10-, pero debido a la alta viscosidad de la mezcla, el aumento de presión fue elevado y, como resultado, fue difícil la transferencia. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,18$ e $y = 1,99$.

Ejemplo 11

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 4, a fin de preparar 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metil-butiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-di(3-metil-butiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró a razón de 1200 g/h a partir de una conducción de transferencia -4- en un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 240 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 24 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 180 g/h de 3-metil-1-butanol que contiene agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 14 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y

se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestano que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó desde una conducción de transferencia -8- a través del condensador -132-. La composición alcóxido de alquilestano se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 20% molar de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estano y aproximadamente el 80% molar de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 15 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal de aproximadamente 1225 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a una presión de 0,4 MPa-G aproximadamente a 100 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 20 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a una temperatura de 20 °C y una presión de 0,4 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estano, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,77$ e $y = 1,11$. Los resultados del análisis de RMN se muestran en la figura 15 (^{119}Sn -RMN).

Ejemplo 12

Etapas A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 4, a fin de preparar 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metil-butiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapas B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 7. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A (temperatura aproximadamente de 15 °C) se transfirió a través de una conducción de transferencia -7- hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -240- a un caudal aproximadamente de 1200 g/h. El aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -240- fue un reactor de columna de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a una presión de 0,4 MPa-G aproximadamente a 100 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 20 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a una temperatura de 20 °C y una presión de 0,4 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estano, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,56$ e $y = 0,98$.

Ejemplo 13

Etapas A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se colocaron 700 g (1,94 mol) de óxido de dioctilestano (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1600 g (15,7 mol) de 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectados al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió

gradualmente, de manera que pasara nitrógeno al sistema, y de esta manera devolviera el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó a 157°C, y el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y el calentamiento rotacional durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, y, a continuación, la válvula de purga se cerró, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se destiló 2-etil-1-butanol que contiene agua con la presión en el sistema de 84 a 65 kPa. Este estado se mantuvo durante 7 horas, y, a continuación la presión en el sistema se redujo aún más, y se destiló el exceso de 2-etil-1-butanol. Una vez que el destilado dejó de salir, el matraz se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 883 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 99%, basado en el óxido de dioctilestaño. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin de preparar 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 9. Se transfirieron aproximadamente 1200 g de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A a través de una conducción de transferencia -7- hacia una parte superior de un autoclave -540- equipado con una camisa de intercambio de calor y un agitador. El autoclave se enfrió aproximadamente a 0 °C, tras lo cual el 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano se volvió sólido. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a través de una conducción de transferencia -9- al autoclave -540-, y la presión se ajustó a 0,4 MPa-G, tras lo cual se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era una mezcla de un líquido y un sólido, y, por lo tanto, la transferencia fue difícil debido al bloqueo de las conducciones. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($\text{Z}:(\text{CO}_2)_x:(\text{OR})_y$) era tal que $x = 0,23$ e $y = 0,98$.

Ejemplo 14

Etapa A: Producción de una composición de alcóxido de alquilestaño

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 18, a fin de producir dibutil-bis(3-metilbutiloxi)-estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano para ser utilizados en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 9. Una mezcla líquida que comprende aproximadamente 1200 g de una composición de alcóxido de alquilestaño preparada en la etapa A (aproximadamente el 74% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano) y aproximadamente 18,5 g de bis(3-metilbutil) carbonato preparado tal como en el ejemplo 18 se transfirió a través de una conducción de transferencia -7- hacia una parte superior de un autoclave -540- equipado con una camisa de intercambio de calor y un agitador. El autoclave se ajustó aproximadamente a 80°C y se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a través de una conducción de transferencia -9- al autoclave, y la presión interna se ajustó a 0,01 MPa-G, tras lo cual se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido y se transfirió a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura de 80°C y, una presión de 0,01 MPa-G pero dada la generación de gas en la conducción de transferencia, tuvo lugar la cavitación de la bomba y, como resultado, la transferencia. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($\text{Z}:(\text{CO}_2)_x:(\text{OR})_y$) era tal que $x = 1,07$ e $y = 1,98$.

Ejemplo 15

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxiestanoxano

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 4, a fin de preparar 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró a 1200 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza),

y se suministró 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 24000 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121-, y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión.

El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 20 000 g/h de 3-metil-1-butanol que contiene agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 240 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestano que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó desde una conducción de transferencia -8- a través del condensador -132-. La composición alcóxido de alquilestano se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 99% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estano. La composición se enfrió aproximadamente a 100 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal de aproximadamente 1430 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a una presión de 0,1 MPa-G aproximadamente a 130 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 100°C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a una temperatura de 100°C y una presión de 0,1 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,23$ e $y = 1,99$.

Ejemplo 16

EtapA A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 4, a fin de producir 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

EtapA B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró a 1200 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 24000 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121-, y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 20 000 g/h de 3-metil-1-butanol que contiene agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 240 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestano que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó desde una conducción de transferencia -8- a través

del condensador -132-. La composición alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 90% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 10% en peso de 3-metil-1-butanol (el contenido de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano no era mayor del 1% en peso). La composición se enfrió aproximadamente a -60 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal de aproximadamente 1410 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a una presión de 0,1 MPa-G aproximadamente a 130 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a -60 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla, y se transfirió a una temperatura de -60 °C y una presión de 0,1 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10-, pero debido a la alta viscosidad de la muestra, el aumento de presión fue alto y, como resultado, la transferencia fue difícil. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,8$ e $y = 1,99$.

Ejemplo 17

Etapas A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 4, a fin de producir 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapas B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 9. Una mezcla líquida que comprende aproximadamente 1200 g del 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A y aproximadamente 270 g de carbonato de bis(3-metilbutilo) preparado tal como en el ejemplo 18 se transfirió a través de una conducción de transferencia -7- hacia una parte superior de un autoclave -540- equipado con una camisa de intercambio de calor y un agitador. El autoclave se ajustó aproximadamente a 140°C, el tiempo de reacción se hizo fuera aproximadamente 5 h, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Después de la reacción, el autoclave se enfrió, haciendo así que la temperatura de mezcla sea aproximadamente 20 °C. La mezcla era un líquido, y se transfirió a presión normal a una temperatura de 20 °C a través de la conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tal como que ocurriera la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,49$ e $y = 1,98$.

Ejemplo comparativo 1

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 5. Se alimentaron aproximadamente 1000 g de dibutóxido de dibutilestaño preparado utilizando el mismo procedimiento que en el ejemplo 6 y aproximadamente 7500 g de fenol (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón, purificado por destilación anteriormente) a través de una conducción de transferencia -4- a un reactor de tanque -220- equipado con un agitador, y la mezcla líquida se calentó aproximadamente a 140 °C, a fin de producir difenóxido de dibutilestaño. Se destiló fenol que contiene 1-butanol de la reacción y se recuperó de una línea de transferencia -6- y se transfirió una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene difenóxido de dibutilestaño a través de una conducción de transferencia -5- a un evaporador de película delgada -130-, en el que se evaporó el fenol, y se recuperó a través de un condensador -132- y una conducción de transferencia -8-. Se obtuvo la composición alcóxido de alquilestaño desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 99% en peso de difenóxido de dibutilestaño. La composición se enfrió aproximadamente a 60 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 1107 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a presión normal a aproximadamente a 100 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 60 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era

un líquido, y se transfirió a presión normal y a una temperatura de 60 °C a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas tal como que ocurriera la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,02$ e $y = 1,99$.

Ejemplo comparativo 2

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 5. Se alimentaron aproximadamente 1000 g de dibutóxido de dibutilestaño preparado utilizando el mismo procedimiento que en el ejemplo 6 y aproximadamente 7500 g de 1-etoxi-2-propanol (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón, purificado por destilación para eliminar una impureza de alcohol primario) a través de una conducción de transferencia -4- a un reactor de tanque -220- equipado con un agitador, y la mezcla líquida se calentó aproximadamente a 140 °C, a fin de producir dibutil-bis(1-etoxi-propil-2-oxi)estaño. Se destiló 1-etoxi-2-propanol que contiene 1-butanol producido de la reacción, y se recuperó desde una línea de transferencia -6- y se transfirió una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(1-etoxi-propil-2-oxi)estaño a través de una conducción de transferencia -5- a un evaporador de película delgada -130-, en el que se evaporó 1-etoxi-2 propanol, y se recuperó a través de un condensador -132- y una conducción de transferencia -8-. Se obtuvo la composición alcóxido de alquilestaño desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 99% en peso de dibutil-bis(1-etoxi-propil-2-oxi)estaño. La composición se enfrió aproximadamente a 50 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 1160 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a presión normal a aproximadamente a 100 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 50 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a presión normal y a una temperatura de 50 °C a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas tal como que ocurriera la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,04$ e $y = 1,99$.

Ejemplo comparativo 3

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 5. Se alimentaron aproximadamente 1000 g de una composición de alcóxido de alquilestaño preparado utilizando el mismo procedimiento que en el ejemplo 3 (aproximadamente el 90 % molar de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente el 10% molar de 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano) y aproximadamente 7000 g de 1-etoxi-2-propanol (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón, purificado por destilación para eliminar una impureza de alcohol primario) a través de una conducción de transferencia -4- a un reactor de tanque -220- equipado con un agitador, y la mezcla líquida se calentó aproximadamente a 140 °C, a fin de producir dibutil-bis(1-etoxi-propil-2-oxi)estaño. Se destiló 1-etoxi-2-propanol que contiene 1-butanol producido de la reacción, y se recuperó desde una línea de transferencia -6- y se transfirió una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(1-etoxi-propil-2-oxi)estaño a través de una conducción de transferencia -5- a un evaporador de película delgada -130-, en el que se evaporó 1-etoxi-2 propanol, y se recuperó a través de un condensador -132- y una conducción de transferencia -8-. Se obtuvo la composición alcóxido de alquilestaño desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 98% en peso de dibutil-bis(1-etoxi-propil-2-oxi)estaño y aproximadamente el 2 % molar de 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-bis(1-etoxi-propil-2-oxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 60 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 1160 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a presión normal a aproximadamente a 100 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 70 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a presión normal y a una temperatura de 50 °C a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas tal como que ocurriera la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental,

después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,06$ e $y = 1,94$.

Ejemplo comparativo 4

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, con el fin de preparar 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró a 1200 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 23000 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121-, y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 20 000 g/h de 3-metil-1-butanol que contiene agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 322 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutyl-bis(3-metilbutiloxi)estaño desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó desde una conducción de transferencia -8- a través del condensador -132-. La composición alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 99 % en peso de dibutyl-bis(3-metilbutiloxi)estaño. La composición se enfrió aproximadamente a 80 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal de aproximadamente 1490 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a una presión de 13 kPa aproximadamente a 90 g/h a través de una conducción de transferencia -9- en una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 80 °C, y se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se transfirió a una temperatura de 80 °C y una presión de 13 kPa a través de una conducción de transferencia -10-, pero ocurrió cavitación y por lo tanto no se pudo llevar a cabo la transferencia continua. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,08$ e $y = 1,99$.

Ejemplo 18

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se colocaron 672 g (2,7 mol) de óxido de dibutilestaño (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1900 g (21,5 mol) de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectados al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió gradualmente, de manera que pasara nitrógeno al sistema, y de esta manera devolviera el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó aproximadamente a 145°C, y el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y

el calentamiento rotacional durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, tras lo cual la mezcla líquida hirvió y por lo tanto comenzó la destilación del 3-metil-1butanol que contiene agua. Este estado se mantuvo durante 7 horas, y, a continuación, la válvula de purga se cerró, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y el exceso de 3 metil-1 butanol con la presión en el sistema de 74 a 35 kPa. Una vez que el destilado dejó de salir, el matraz se sacó del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 880 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 99%, basado en el óxido de dibutilestaño. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin de preparar 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua tal como se muestra en la figura 6. El 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A y 3-metil-1-butanol (concentración de diestanoxano aproximadamente del 33% en peso) se suministró a razón de aproximadamente 13384 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 14953 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140°C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 23 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14950 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 74% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 50 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 5130 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -3- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,45 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó a 60 °C, y se preparó el complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono y los alcóxidos de alquilestaño suministrados en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($\text{Z}:(\text{CO}_2)_x:(\text{OR})_y$) era tal que $x = 1,31$ e $y = 1,72$. La mezcla se transfirió a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura de 50 °C y una presión de 0,5 MPa-G, y se suministró adicionalmente mediante una bomba de refuerzo -141- a través de una conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 5894 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó en 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 5 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado, y se recuperó desde

una conducción de transferencia -17-. A continuación, se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5332 g/h en un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

Ejemplo 19

Se produjo 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano mediante el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 18, y, a continuación, se produjo un carbonato en la siguiente etapa.

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 6. Una mezcla líquida del 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano y 3-metil-1-butanol (concentración de diestanoxano aproximadamente del 33% en peso) se suministró a razón de aproximadamente 13384 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 14953 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 22 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14950 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 74% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 50°C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 5130 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,45 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 60 °C, y se preparó el complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono obtenido era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono y los alcóxidos de alquilestaño suministrados en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se suministró a través de la conducción de transferencia -10- a un caudal aproximadamente de 5894 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120°C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 5 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120°C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló en un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor

-163-, y una conducción de transferencia -9-. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de transferencia -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono era un líquido, tal como en el ejemplo 18, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura de 50 °C y una presión de 0,5 MPa-G sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono no utilizado en forma de mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,32$ e $y = 1,72$.

Ejemplo 20

Se preparó 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 18, y, a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 6. Una mezcla líquida del 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano y 3-metil-butanol (concentración de diestanoxano aproximadamente del 33% en peso) se suministró a razón de aproximadamente 13384 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón), que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 14953 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 23 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14950 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 74% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 50 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 5130 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,45 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 60 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono y la composición de alcóxido de alquilestaño suministrados en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se suministró a través de la conducción de transferencia -10- a un caudal aproximadamente de 5894 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 212 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 5 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente

de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló en un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163-, y una conducción de transferencia -9-. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de transferencia -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono era un líquido, tal como en el ejemplo 18, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura de 60 °C y una presión de 0,45 MPa-G sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono no utilizado en forma de mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,33$ e $y = 1,71$.

El líquido de reacción que contiene el carbonato de bis(3-metilbutilo) separado por el evaporador de película delgada -160- se transfirió a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5332 g/h a un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a razón de 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-. La cantidad de dióxido de carbono consumido en la producción de carbonato fue de 210 g/h sobre la base de 212 g/h de dióxido de carbono suministrado, y por lo tanto, la relación de utilización del dióxido de carbono fue del 99%, es decir, se puede obtener una elevada relación de utilización de dióxido de carbono mediante el reciclado del dióxido de carbono separado mediante el evaporador de película delgada -160-.

Ejemplo 21

EtapA: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se colocaron 700 g (1,94 mol) de óxido de dioctilestaño (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1700 g (19,3 mol) de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectados al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió gradualmente, de manera que pasara nitrógeno al sistema, y de esta manera devolviera el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó aproximadamente a 143 °C, y el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y el calentamiento rotacional durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, tras lo cual la mezcla líquida hirvió y, por lo tanto, comenzó la destilación de un componente de bajo punto de ebullición. Este estado se mantuvo durante 7 horas, y, a continuación, la válvula de purga de cerro, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se destiló el componente residual de bajo punto de ebullición con la presión en el sistema de 76 a 32 kPa. Una vez que el destilado dejó de salir, el matraz se sacó del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 864 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 99%, basado en el óxido de dioctilestaño. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin de preparar 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

EtapA: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua tal como se muestra en la figura 6. Una mezcla líquida del 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano y 3-metil-1-butanol (concentración de diestanoxano aproximadamente del 40% en peso) se suministró a razón de aproximadamente 14883 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza, y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) que había sido purificado en una columna de destilación -110- se suministró a razón de 14953 g/h desde una conducción suministro -2- hacia el reactor en columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140°C utilizando un calentador y un generador de vapor -121-, y la presión se ajustó a 23 kPa-G aproximadamente utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue

de aproximadamente 17 minutos. Se transfirió 3-metil-1-butanol que contenía agua a razón aproximadamente de 14950 g/h desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a razón de 825 g/h a través de una conducción de suministro -1-, hacia la columna de destilación -110- que se rellenó con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor -111- y un condensador -112- y la purificación se llevó a cabo mediante destilación. Se condensó destilado que contenía una alta concentración de agua desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol a través de una conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contenía dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor en columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130- y se devolvió al reactor en columna -120- a través de un condensador -132- a través de una conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 73% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 26% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente hasta 50°C mediante un enfriador -131- y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción de complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal de aproximadamente 6630 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor en columna -240- de diámetro interior 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokyo Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm), y equipado con una camisa de enfriamiento, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como el aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,45 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 60°C, y se preparó una mezcla que contenía complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contenía el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono y la composición de alcóxido de alquilestaño suministrados en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se transfirió a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura de 60°C y una presión de 0,45 MPa-G, y se suministró adicionalmente mediante una bomba de refuerzo -141- a través de una conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 7394 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave -150-, siendo mantenida la presión en el autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó en 120°C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 6 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120°C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9- y reaccionó con la composición de alcóxido de alquilestaño que se transfirió a través de la conducción de transferencia -7- con el fin de producir la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de transferencia -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, o realizándose el suministro de dióxido de carbono solamente desde la conducción de suministro -14-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono no utilizado como complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla $(Z:(CO_2)_x:(OR)_y)$ era tal que $x = 1,33$ e $y = 1,71$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 6840 g/h en un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

Ejemplo 22

Etapas A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se preparó 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 21, y, a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

Etapas B: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua tal como se muestra en la figura 6. Una mezcla líquida del 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano y 3-metil-1-butanol (concentración de diestanoxano aproximadamente del 40% en peso) se suministró a razón de aproximadamente 14883 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministraron a razón de 14883 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 23 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14950 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 73% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 26% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 70 °C utilizando un enfriador -131-, a un caudal aproximadamente de 6630 g/h a través de una conducción de transferencia -7- y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 1,0 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 80 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono y la composición de alcóxido de alquilestaño suministrados en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se transfirió a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura de 80 °C y una presión de 1,0 MPa-G, y se suministró adicionalmente mediante una bomba de refuerzo -141- a través de una conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 7394 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave -150-, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó en 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 6 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9- y reaccionó con la composición de alcóxido de alquilestaño que se transfirió a través

de la conducción de transferencia -7- con el fin de producir la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, realizándose el suministro de dióxido de carbono solamente desde la conducción de suministro -14-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono no utilizado como complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en el complejo de dióxido de carbono ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,33$ e $y = 1,71$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5332 g/h en un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

Ejemplo 23

Etapas A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se colocaron 692 g (2,78 mol) de óxido de dibutilestaño (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2000 g (27 mol) de 1-butanol (fabricado por Wako, Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectados al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió gradualmente, de manera que pasaba nitrógeno al sistema, y de esta manera devolver el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó aproximadamente a 126 °C, y el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y el calentamiento rotacional durante aproximadamente 30 minutos a presión normal, tras lo cual la mezcla líquida hirvió, y, por lo tanto, comenzó la destilación de un componente de bajo punto de ebullición. Este estado se mantuvo durante 8 horas, y, a continuación, se cerró la válvula de purga, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se destiló el componente residual de bajo punto de ebullición con la presión en el sistema de 76 a 54 kPa. Una vez que el componente de bajo punto de ebullición dejó de salir, el matraz se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 952 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 99%, basado en el óxido de dibutilestaño. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin de preparar 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-di(butiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapas B: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua.

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua tal como se muestra en la figura 6. Una mezcla líquida del 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(butiloxi)-diestanoxano y 1-butanol (concentración de diestanoxano aproximadamente del 22% en peso) se suministró a razón de aproximadamente 19350 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Mellapak-750Y (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 1-butanol (fabricado por Wako Pure Chemical Industries Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministraron a razón de 24716 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140°C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 96 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 24700 g/h de 1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y 824 g/h de 1-butanol (fabricado por Wako Pure Chemical Industries Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se

llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutóxido de dibutilestaño y 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-bis(butiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 74% en peso de dibutóxido de dibutilestaño y aproximadamente el 24% en peso de 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-bis(butiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 50 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a un caudal aproximadamente de 4812 g/h a través de una conducción de transferencia -7- y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,45 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 60 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono y la composición de alcóxido de alquilestaño suministrados en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se transfirió a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura de 60 °C y una presión de 0,45 MPa-G, y se suministró adicionalmente mediante una bomba de refuerzo -141- a través de una conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 5576 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave -150-, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 5 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de dibutilo que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9- y reaccionó con la composición de alcóxido de alquilestaño que se transfirió a través de la conducción de transferencia -7- con el fin de producir la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, realizándose el suministro de dióxido de carbono solamente desde la conducción de suministro -14-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono no utilizado como complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en el complejo de dióxido de carbono ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,34$ e $y = 1,72$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de dibutilo separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5020 g/h en un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 140 °C y aproximadamente 1,4 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de dibutilo. El destilado se suministró aproximadamente a 830 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de dibutilo a 813 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

Ejemplo 24

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

5 Se colocaron 700 g (1,94 mol) de óxido de dioctilestaño (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1600 g (15,7 mol) de 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío

10 (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectados al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió gradualmente, de manera que pasaba nitrógeno al sistema, y de esta manera devolver el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó aproximadamente a 157 °C, y el matraz se sumergió en el baño de

15 aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y el calentamiento rotacional durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, y, a continuación, se cerró la válvula de purga, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se destiló 2-etil-1-butanol que contenía agua con la presión en el sistema de 84 a 65 kPa. Este estado se mantuvo durante 7 horas, y, a continuación, la presión en el sistema se redujo más, y se destiló el exceso de 2-etil-1-butanol. Una vez que el

20 destilado dejó de salir, el matraz se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 883 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 99%, basado en el óxido de dibutilestaño. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin

25 de preparar 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua.

30 Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 6. Una mezcla líquida del 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano y 2-etil-1-butanol (concentración de diestanoxano aproximadamente del 43% en peso) se suministró a razón de aproximadamente 14233 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se

35 suministraron a razón de 12260 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 150 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a -2,0 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 12250 g/h de 2-etil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia

40 -6-, y 958 g/h de 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación

45 -3-. Se transfirió 2-etil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(2-etilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 2-etil-1-butanol

50 utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 74% en peso de dioctil-bis(2-etilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 40 °C

55 utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a un caudal aproximadamente de 6945 g/h a través de una conducción de transferencia -7- hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680

60 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de

65 transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,3 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 50 °C, y se preparó una

mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono y la composición de alcóxido de alquilestaño suministrados en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se transfirió a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura de 50 °C y una presión de 0,3 MPa-G, y se suministró adicionalmente mediante una bomba de refuerzo -141- a través de una conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 7710 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave -150-, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9- y reaccionó con la composición de alcóxido de alquilestaño que se transfirió a través de la conducción de transferencia -7- con el fin de producir la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, realizándose el suministro de dióxido de carbono solamente desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono no utilizado como complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en el complejo de dióxido de carbono ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,38$ e $y = 1,72$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 6074 g/h en un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 150 °C y aproximadamente 0,3 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 964 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) a 956 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

Ejemplo 25

Se preparó 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 18, y, a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 6. Una mezcla líquida del 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano y 3-metil-1-butanol (concentración de diestanoxano aproximadamente del 33% en peso) se suministró a razón de aproximadamente 13385 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministraron a razón de 14953 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 23 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14900 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el

3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 74% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 50 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 5130 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,45 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 60 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono y la composición de alcóxido de alquilestaño suministrados en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se suministró a través de la conducción de transferencia -10- a un caudal aproximadamente de 5894 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave-, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 5 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9-. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, realizándose el suministro del dióxido de carbono no utilizado desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, tal como en el ejemplo 18, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura de 60 °C y una presión de 0,45 MPa-G sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono no utilizado como complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,32$ e $y = 1,72$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5332 g/h en un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-. Mientras tanto, se obtuvo un líquido residual que contiene una composición de alcóxido de alquilestaño del evaporador de película delgada -170-, y se recicló al reactor de columna -120- a través de una conducción de transferencia -18- y la conducción de transferencia -4-. El líquido residual se suministró al reactor de columna de -120- aproximadamente a 4388 g/h, y se hizo reaccionar con el 3-metil-1-butanol que se había purificado en la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de la conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, la conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. Se obtuvo la composición alcóxido de alquilestaño de la parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 74% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 50 °C utilizando el enfriador -131-, y se transfirió a la parte superior del aparato de producción del complejo de dióxido de carbono

-140- a un caudal aproximadamente de 5130 g/h a través de la conducción de transferencia -7-. La composición se hizo reaccionar con el dióxido de carbono no utilizado (aproximadamente 764 g/h) separado del evaporador de película delgada -160-. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono era un líquido, tal como en el ejemplo 18, y se transfirió a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura de 60 °C y una presión de 0,45 MPa-G, siendo posible para llevar a cabo la transferencia sin problemas, tales como que se produzca la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos la composición de alcóxido de alquilestaño y el dióxido de carbono reciclado no utilizado en la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, tras lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,34$ e $y = 1,73$.

Ejemplo de referencia 1

Se preparó 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 18, y, a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 6. Una mezcla líquida del 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano y 3-metil-1-butanol (concentración de diestanoxano aproximadamente del 33% en peso) se suministró a razón de aproximadamente 13385 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministraron a razón de 14953 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 22 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14950 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 74% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 50 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 5130 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,5 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 50 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, tal como en el ejemplo 18, y se pudo transferir a una temperatura de 60°C y una presión de 0,45 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono y la composición de alcóxido de alquilestaño suministrados en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,33$ e $y = 1,72$. La mezcla se suministró a través de la conducción de transferencia -10-, una bomba de refuerzo, y una conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 5894 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza de 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 212 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave, siendo mantenida la presión en el autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120°C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 5 horas, con lo que se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de

carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120°C y una presión aproximadamente de 13 kPa. El dióxido de carbono no utilizado se separó en forma gaseosa, y se descargó desde una conducción de ventilación -21-.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(2-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5332 g/h a un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(2-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-. La cantidad de dióxido de carbono consumido en la producción de carbonato fue de 210 g/h sobre la base de 973 g/h de dióxido de carbono suministrado, y por lo tanto, la relación de utilización del dióxido de carbono fue del 22%, es decir, se redujo considerablemente en comparación con el ejemplo 20.

Ejemplo comparativo 5

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato, tal como se muestra en la figura 9. Se transfirieron aproximadamente 800 g de dimetóxido de dibutilestano (fabricado por Aldrich, EE.UU.) a través de una conducción de transferencia -7- a una parte superior de un autoclave de -540- equipado con una camisa de intercambio de calor y un agitador. El autoclave se calentó aproximadamente a 180 °C, y se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a través de una conducción de transferencia -9- al autoclave -540-, y la presión se ajustó a 20 MPa-G, en el que se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se enfrió a temperatura ambiente, y se transfirió a través de una conducción de transferencia -10-, pero mientras se formó un sólido y, por lo tanto, la transferencia no se pudo llevar a cabo debido a la obstrucción de la conducción.

Ejemplo 26

Etapas A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se colocaron 500 g (2,01 mol) de óxido de dibutilestano (fabricado por Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 1047 g (8,04 mol) de 2-etil-1-hexanol (fabricado por Wako Pure Chemical, Japón) en un matraz de 3000 ml. El matraz que contenía la mezcla, que era una suspensión de color blanco, se unió a un evaporador (R-144, fabricado por Sibata, Japón) que tiene un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura (OBH-24, fabricado por Masuda Corporation, Japón), una bomba de vacío (G-50A, fabricada por Ulvac, Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, fabricado por Okano Works Ltd., Japón) conectado al mismo. La salida de una válvula de purga del evaporador se conectó a una conducción de nitrógeno gaseoso a presión normal. La válvula de purga del evaporador se cerró y la presión en el sistema se redujo y, a continuación, la válvula de purga se abrió gradualmente, de manera que pasaba nitrógeno al sistema, y de esta manera devolver el sistema a presión normal. La temperatura del baño de aceite se ajustó aproximadamente a 157 °C, y el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Con la válvula de purga del evaporador abierta, se llevaron a cabo la agitación y el calentamiento rotacional durante aproximadamente 40 minutos a presión normal, y, a continuación, se cerró la válvula de purga, y la presión en el sistema se redujo gradualmente, y se destiló el 2-etil-1-hexanol con la presión en el sistema de 40 a 20 kPa. Este estado se mantuvo durante 2 horas, y, a continuación, la presión en el sistema se redujo más, y se destiló el exceso de 2-etil-1-hexanol. Una vez que el destilado dejó de salir, el matraz se retiró del baño de aceite. El líquido de reacción era un líquido transparente. Después de retirar el matraz del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente, con el fin de devolver la presión del sistema a presión normal. Se obtuvieron 750 g de líquido de reacción en el matraz. Según los resultados de los análisis de ^{119}Sn -, ^1H -, y ^{13}C -RMN, se obtuvo el producto 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilhexiloxi)-diestanoxano con un rendimiento del 98%, basado en el óxido de dibutilestano. El mismo procedimiento se llevó a cabo con el fin de preparar 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilhexiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapas B: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua.

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua tal como se muestra en la figura 6. Una mezcla líquida del 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilhexiloxi)-diestanoxano se suministró a razón de aproximadamente 4943 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 2-etil-1-hexanol (fabricado por Wako Pure Chemical Industries Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministró a razón de 15653 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140 °C utilizando un calentador y un

generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a -58 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 15000 g/h de 2-etil-1-hexanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 1223 g/h de 2-etil-1-hexanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 2-etil-1-hexanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(2-etilhexiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilhexiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 2-etil-1-hexanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través de un condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 70% en peso de dibutil-bis(2-etilhexiloxi)estaño y aproximadamente el 28% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(2-etilhexiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 100 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de una conducción de transferencia -7- a un caudal aproximadamente de 6083 g/h. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 100 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Aproximadamente 380 g/h de dióxido de carbono sin reaccionar fluyeron a través de una conducción de ventilación -12-. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, tal como en el ejemplo 18 y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10-, a una temperatura de 100 °C y presión normal, siendo posible llevar a cabo la transferencia sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción de transferencia. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,65$ e $y = 1,71$. La mezcla se suministró a través de la conducción de transferencia -10-, una bomba de refuerzo, y una conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 6465 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza de 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 592 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(2-etilhexilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9-. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, realizándose el suministro de dióxido de carbono solamente desde la conducción de suministro -14-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 382 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, tal como en el ejemplo 18, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura de 100 °C a presión normal, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. El flujo de dióxido de carbono gaseoso a través de la conducción de ventilación -12- fue de aproximadamente 380 g/h. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,65$ e $y = 1,71$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(2-etilhexilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 6282 g/h en un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 160 °C y aproximadamente 0,1 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(2-etilhexilo). El destilado se suministró aproximadamente a 1350 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador

-182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(2-etilhexilo) a 1338 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

La cantidad de dióxido de carbono consumido en la producción de carbonato fue de 210 g/h basado en 590 g/h de dióxido de carbono suministrado, y, por lo tanto, la proporción de utilización de dióxido de carbono fue aproximadamente de 35%.

Ejemplo 27

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano.

El mismo procedimiento que en el Ejemplo 21 se llevó a cabo, a fin de producir 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapa B: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 6. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró a razón de aproximadamente 5885 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministró a razón de 1000 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 23 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 700 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 70 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó desde una conducción de transferencia -8- a través de un condensador -132-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 18% molar de doctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 82% en peso molar de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 15 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de una conducción de transferencia -7- a un caudal aproximadamente de 6010 g/h. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a una presión de 0,4 MPa-G aproximadamente a 500 g/h a través de una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 20 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido y se transfirió a una temperatura de 20 °C y una presión de 0,4 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de una conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,75$ e $y = 1,09$. El complejo de dióxido de carbono se transfirió a través de una conducción de transferencia -10-, y se suministró utilizando una bomba de refuerzo -141- a través de la conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 6500 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 6 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una

conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9-, y reaccionó con la composición de alcóxido de alquilestaño, que se transfirió a través de la conducción de transferencia -7-, a fin de preparar la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13, realizándose el suministro de dióxido de carbono solamente desde la conducción de suministro -14-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono suministrado no utilizado como complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en el complejo de dióxido de carbono ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,75$ e $y = 1,09$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5332 g/h en un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 200 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 185 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

Ejemplo 28

EtapA: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 21, a fin de producir 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

EtapA: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 6. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró a razón de aproximadamente 5880 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministraron a razón de 100 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 140 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 21 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 70 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 5 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó una conducción de transferencia -8- a través del condensador -132-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 97% molar de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 15 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de una conducción de transferencia -7- a un caudal aproximadamente de 5890 g/h. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) a una presión de 0,4 MPa-G aproximadamente a 500 g/h a través de una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó

aproximadamente a 20 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido y se transfirió a una temperatura de 20 °C y una presión de 0,4 MPa-G a través de la conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,56$ e $y = 0,98$. El complejo de dióxido de carbono se transfirió a través de una conducción de transferencia -10-, y se suministró adicionalmente utilizando una bomba de refuerzo -141- a través de la conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 6300 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave -150-, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 6 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9-, y reaccionó con la composición de alcóxido de alquilestaño, que se transfirió a través de la conducción de transferencia -7-, a fin de preparar la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13- se detuvo, realizándose el suministro de dióxido de carbono solamente desde la conducción de suministro -14-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono suministrado no utilizado como complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en el complejo de dióxido de carbono ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 0,55$ e $y = 0,98$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5990 g/h en un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 90 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 80 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

Ejemplo 29

EtapA: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se preparó 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 21, y a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

EtapA: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua.

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua tal como se muestra en la figura 6. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano se transfirió a un caudal aproximadamente de 5887 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministró a razón de 14953 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14000 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la

conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 72% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 27% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 40 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de una conducción de transferencia -7- a un caudal aproximadamente de 6627 g/h. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,25 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 50 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertida la composición de alcóxido de alquilestaño en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se suministró a través de una conducción de transferencia -10- a un caudal aproximadamente de 7391 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 7 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9-. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, tal como en el ejemplo 18, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura de 50°C y una presión de 0,25 MPa-G, siendo posible llevar a cabo la transferencia sin problemas, tal como que ocurriera la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono suministrado no utilizado como mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,33$ e $y = 1,72$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- a un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142°C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-. Mientras tanto, se obtuvo un líquido residual que contiene una composición de alcóxido de alquilestaño del evaporador de película delgada -170-, y se recicló al reactor de columna -120- a través de una conducción de transferencia -18- y la conducción de transferencia -4-. El líquido residual se analizó, y el 1,1,3,3-tetraoctil-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró desde una conducción de suministro -22- de manera que el caudal de 1,1,3,3-tetraoctil-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano fue aproximadamente de 5887 g/h, y se transfirió al reactor de columna de -120- a través de la conducción de transferencia -18- y la conducción de transferencia -4-, y reaccionó con el 3-metil-1-butanol que se había purificado en la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco

Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de la conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, la conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. Se obtuvo la composición alcóxido de alquilestaño de la parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 72% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 27% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 50 °C utilizando el enfriador -131-, y se transfirió a la parte superior del aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 6627 g/h a través de la conducción de transferencia -7-. La composición se hizo reaccionar con el dióxido de carbono no utilizado (aproximadamente 764 g/h) separado del evaporador de película delgada -160-. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono era un líquido, tal como en el ejemplo 18, y se transfirió a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura de 50 °C y una presión de 0,25 MPa-G, siendo posible para llevar a cabo la transferencia sin problemas, tal como que se produzca la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos la composición de alcóxido de alquilestaño y el dióxido de carbono reciclado no utilizado en la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, tras lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,31$ e $y = 1,71$. Se llevó a cabo el funcionamiento continuo durante aproximadamente 600 horas en las condiciones anteriores. Se encontró que, después de ello, la composición alcóxido de alquilestaño recuperado de la conducción de transferencia -18- contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano, y contenía también aproximadamente el 20% en peso de trioctil-(3-metilbutiloxi)-estaño, y, además, se observaron también desplazamientos procedente de una pluralidad de compuestos de estaño en un intervalo -220 a -605 ppm en el espectro de ^{119}Sn -RMN. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida desde la conducción de transferencia -10- se muestreó y se analizó, tras lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,31$ e $y = 1,72$. Además, el rendimiento del carbonato de bis(3-metilbutilo) de forma continua fue aproximadamente de 944 g/h.

Ejemplo 30

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se preparó 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 21, y, a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

Etapa B: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua.

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua tal como se muestra en la figura 6. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano se suministró a un caudal aproximadamente de 5887 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministró a razón de 14953 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14000 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 72% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 27% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 40 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de una conducción de transferencia -7- a un caudal aproximadamente de 6627 g/h. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón,

tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,25 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 50 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertida la composición de alcóxido de alquilestaño en una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se suministró a través de una conducción de transferencia -10- a un caudal aproximadamente de 7391 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 7 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9-. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13- se detuvo, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, tal como en el ejemplo 18, y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura de 50 °C y una presión de 0,25 MPa-G, siendo posible llevar a cabo la transferencia sin problemas, tal como que ocurriera la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono suministrado no utilizado como mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,30$ e $y = 1,71$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- a un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-. Mientras tanto, se obtuvo un líquido residual que contiene una composición de alcóxido de alquilestaño del evaporador de película delgada -170-, y se recicló al reactor de columna -120- a través de una conducción de transferencia -18- y la conducción de transferencia -4-, y se hizo reaccionar con 3-metil-1-butanol, que se había purificado en la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de la conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, la conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. Se obtuvo la composición de alcóxido de alquilestaño de la parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 72% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 27% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 50 °C utilizando el enfriador -131-, y se transfirió a la parte superior del aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 6627 g/h a través de la conducción de transferencia -7-. La composición se hizo reaccionar con el dióxido de carbono no utilizado (aproximadamente 764 g/h) separado del evaporador de película delgada -160-. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono era un líquido, tal como en el ejemplo 18, y se transfirió a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura de 50 °C y una presión de 0,25 MPa-G, siendo posible para llevar a cabo la transferencia sin problemas, tal como que se produzca la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos la composición de alcóxido de alquilestaño y el dióxido de carbono reciclado no utilizado en la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, tras lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,3$ e $y = 1,7$. Se llevó a cabo el funcionamiento continuo durante aproximadamente 1800 horas en las condiciones anteriores. Se encontró que,

después de ello, la composición alcóxido de alquilestaño recuperado de la conducción de transferencia -18- contenía aproximadamente el 10% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano, y contenía también aproximadamente el 45% en peso de trioctil-(3-metilbutiloxi)-estaño, y, además, se observaron también desplazamientos procedentes de una pluralidad de compuestos de estaño en un intervalo -220 a -605 ppm en el espectro de ^{119}Sn -RMN. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida desde la conducción de transferencia -10- se muestreó y se analizó, tras lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(\text{CO}_2)_x:(\text{OR})_y$) era tal que $x = 1,02$ e $y = 0,96$. Además, el rendimiento del carbonato de bis(3-metilbutilo) de forma continua disminuyó, siendo aproximadamente de 56 g/h después de aproximadamente 1200 horas de funcionamiento.

Ejemplo 31

Etapas A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el ejemplo 21, con el fin de preparar 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano a ser utilizado en la siguiente etapa B.

Etapas B: Producción de dióxido de carbono gaseoso seco

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato, tal como se muestra en la figura 4. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano preparado en la etapa A se suministró a razón de 1200 g/h a partir de una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y se suministró 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- a razón de 20000 g/h desde una conducción de transferencia -2- al reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó a aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue aproximadamente de 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 18000 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 100 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado, que contiene una alta concentración de agua, se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. El 3-metil-1-butanol purificado se transfirió a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se recuperó desde una conducción de transferencia -8- a través del condensador -132-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 90% molar de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 10% molar de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 30 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de una conducción de transferencia -7- a un caudal aproximadamente de 1375 g/h. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,9%, contenido de agua no mayor de 120 ppm) a una presión de 0,1 MPa-G aproximadamente a 200 g/h a través de una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 40 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla era un líquido, y se pudo transferir a una temperatura de 40 °C y una presión de 0,1 MPa-G a través de una conducción de transferencia -10-, siendo posible llevar a cabo la transferencia a través de la conducción de transferencia -10- de forma continua sin problemas, tal como que ocurriera la obstrucción de la conducción. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(\text{CO}_2)_x:(\text{OR})_y$) era tal que $x = 1,34$ e $y = 1,80$. La mezcla se calentó aproximadamente a 120 °C, a fin de eliminar el dióxido de carbono. El dióxido de carbono se analizó, y se encontró que tenía un contenido de agua aproximadamente de 10 ppm. El dióxido de carbono se extrajo continuamente en forma gaseosa desde la conducción de ventilación -12-, y se analizó, y se encontró que tenía un contenido de agua aproximadamente de 10 ppm.

Ejemplo comparativo 6

Se llevó a cabo la absorción de dióxido de carbono utilizando una solución acuosa de hidróxido de sodio. Se utilizó como aparato, un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7. Se suministró la solución de hidróxido de sodio acuoso (fabricada por Wako Pure Chemical Industries, Ltd, Japón, concentración de 5 mol/l) a una parte superior del reactor de columna -240- a través de una conducción de transferencia -7- aproximadamente a 1,5 Uhr, y se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,9%, contenido de agua aproximadamente de 120 ppm) a una presión de 0,1 MPa-G aproximadamente a 200 g/h a través de una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 40 °C, y se llevó a cabo la absorción de dióxido de carbono. El dióxido de carbono se extrajo continuamente en forma gaseosa desde la conducción de ventilación -12-, y se analizó, y se encontró que tenía un contenido de agua aproximadamente de 5000 ppm. Aproximadamente 1 l de la solución acuosa de hidróxido de sodio que había reaccionado con el dióxido de carbono se recuperó desde la conducción de transferencia -10-, y aproximadamente 1,2 l de una solución acuosa de ácido sulfúrico (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón, 47%) se añadieron a la solución acuosa de hidróxido de sodio, con el fin de eliminar el dióxido de carbono. El dióxido de carbono se analizó, y se encontró que tenía un contenido de agua aproximadamente de 6000 ppm.

Ejemplo 32

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se preparó 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 24, y, a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

Etapa B: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 6. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano se suministró a razón de 6074 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministró a razón de 13500 g/h desde una conducción de transferencia -2- al reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 31 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 12350 g/h de 2-etil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 958 g/h de 2-etil-1-butanol (fabricado por Chisso Corporation, Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 2-etil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(2-etilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 2-etil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 74% en peso de dioctil-bis(2-etilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 40 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a un caudal aproximadamente de 6945 g/h a través de una conducción de transferencia -7- hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 973 g/h a través de una conducción de transferencia -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en el reactor de columna se ajustó a 1 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó

aproximadamente a 45 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono era un líquido y se pudo transferir a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tal como que ocurriera la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas en la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono suministrado y la composición de alcóxido de alquilestaño en la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se transfirió a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura aproximadamente de 45 °C y una presión de 1 MPa-G, y se suministró adicionalmente utilizando una bomba de refuerzo -141- a través de la conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 7710 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Sin suministrar dióxido de carbono al autoclave -150-, la temperatura en el autoclave se ajustó a 120°C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 4 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9-, y reaccionó con la composición de alcóxido de alquilestaño, que se transfirió a través de la conducción de transferencia -7-, a fin de preparar la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13- se detuvo, realizándose el suministro de dióxido de carbono solamente desde la conducción de suministro -14-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono suministrado no utilizado como complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,65$ e $y = 1,70$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 6074 g/h a un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura de aproximadamente 150°C y una presión de aproximadamente 0,3 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(2-etilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 964 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(2-etilbutilo) a 956 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

Ejemplo 33

Etapas A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

Se preparó 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 21, y, a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

Etapas B: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua

Se preparó una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono utilizando un aparato tal como se muestra en la figura 6. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano se suministró a razón de 5887 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministró a razón de 14953 g/h desde una conducción de transferencia -2- al reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160°C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14953 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que

contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 73% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 26% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 40 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a un caudal aproximadamente de 6630 g/h a través de una conducción de transferencia -7- hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se utilizó una combinación de un reactor de columna -340- y un reactor de columna -440- cada uno de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 1380 mm (longitud de relleno aproximadamente de 1000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokio Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm), tal como se muestra en la figura 8, como el aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- (los dos reactores de columna eran los mismos entre sí, y se unieron mediante una conducción de transferencia -23- y una conducción de transferencia -24-). Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de transferencia -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -440-. La presión en el reactor de columna se ajustó a 0,02 MPa-G. El dióxido de carbono que no reaccionó en el reactor de columna -440- se transfirió a través de la conducción de transferencia -24- y un enfriador -442- a una parte inferior del reactor de columna -340- y se hizo reaccionar adicionalmente con la composición de alcóxido de alquilestaño en el reactor de columna -340-. Se obtuvo una mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono desde la parte inferior del reactor de columna -340-, y la mezcla, que estaba aproximadamente a una temperatura de 68 °C, se enfrió aproximadamente a 20 °C utilizando un enfriador -341-, y se transfirió a través de la conducción de transferencia -23- a la parte superior del reactor de columna -440-, y reaccionó adicionalmente con dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida desde la parte inferior del reactor de columna -440- era un líquido y se pudo transferir a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tal como que ocurriera la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas en la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono suministrado y la composición de alcóxido de alquilestaño en la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se transfirió a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura aproximadamente de 24 °C y una presión de 0,02 MPa-G, y se suministró adicionalmente utilizando una bomba de refuerzo -141- a través de la conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 7394 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 210 g/h a través de la conducción de suministro -14- al autoclave -150-, siendo mantenida la presión en el autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120°C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 6 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9-, y reaccionó con la composición de alcóxido de alquilestaño, que se transfirió a través de la conducción de transferencia -7-, a fin de preparar la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13- se detuvo, realizándose el suministro de dióxido de carbono solamente desde la conducción de suministro -14-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono suministrado no utilizado como complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla $(Z:(CO_2)_x:(OR)_y)$ era tal que $x = 1,34$ e $y = 1,72$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5332 g/h a un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

Ejemplo 34

Etapa A: Producción de tetraalquildialcoxidiestanoxano

- 5 Se preparó 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 21, y, a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

Etapa B: Producción de carbonato utilizando un aparato de producción continua

- 10 Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 6. El 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano se suministró a razón de 5887 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministró a razón de 14953 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14953 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetraoctil-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se devolvió al reactor en columna -120- mediante un condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 73% en peso de dioctil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 26% en peso de 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 40 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió a un caudal aproximadamente de 6630 g/h a través de una conducción de transferencia -7- hacia un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Un autoclave -540- equipado con una camisa de intercambio de calor y un agitador, tal como se muestra en la figura 9, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del autoclave -540-, y la presión se ajustó a 0,25 MPa-G. La temperatura de reacción en el autoclave -540- se ajustó aproximadamente a 50 °C, y se preparó la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido y se pudo transferir a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono suministrado y la composición de alcóxido de alquilestaño en la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se transfirió a través de una conducción de transferencia -10- a una temperatura de 50 °C y una presión de 0,25 MPa-G, y se suministró adicionalmente utilizando una bomba de refuerzo -141- a través de la conducción de transferencia -11- a un caudal aproximadamente de 7394 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave -150-, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 6 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se recicló el dióxido de carbono al aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -163- y la conducción de transferencia -9-, y reaccionó con la composición de alcóxido de alquilestaño, que se transfirió a través de la conducción de transferencia -7-, a fin de preparar la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro de dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, realizándose el suministro de dióxido de carbono solamente desde la conducción de suministro -14-, y el dióxido de carbono no utilizado se transfirió desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido y se pudo transferir a través de una conducción de transferencia -10- sin problemas,

tales como que ocurra la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono suministrado no utilizado como complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la el complejo de dióxido de carbono ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,35$ e $y = 1,72$.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5332 g/h en un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-.

Ejemplo 35

Se preparó 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 18, y, a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 10. El 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano se suministró a razón de 4388 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministró a razón de 14952 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14000 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutyl-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutyl-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo esta composición aproximadamente el 74% en peso de dibutyl-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 30 °C utilizando un enfriador -131-, y se transfirió hacia una parte superior de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a un caudal aproximadamente de 5130 g/h a través de una conducción de transferencia -7-. Un reactor de columna -240- de diámetro interior de 53,5 mm y longitud efectiva de 2680 mm (longitud de relleno aproximadamente de 2000 mm) relleno con un relleno Dixon (fabricado por Tokyo Tokushu Kanaami, Japón, tamaño de 6 mm) y equipado con una camisa de refrigeración, tal como se muestra en la figura 7, se utilizó como aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140-. Se suministró dióxido de carbono gaseoso (fabricado por Showa Tansan Co., Ltd., Japón, pureza del 99,99%, contenido de agua no mayor de 40 ppm) aproximadamente a 764 g/h a través de una conducción de suministro -13- y una conducción de transferencia -9- a una parte inferior del reactor de columna -240-. La presión en la columna se ajustó a 0,05 MPa-G. La temperatura de reacción en el reactor de columna -240- se ajustó aproximadamente a 40 °C, y se preparó el complejo de dióxido de carbono. El complejo de dióxido de carbono obtenido era un líquido y se pudo transferir a través de la conducción de transferencia -10- sin problemas, tales como que ocurra la obstrucción de la conducción. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo convertidos el dióxido de carbono suministrado y el alcóxido de alquilestaño en la mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se suministró a través de una conducción de transferencia -10- a un caudal aproximadamente de 5894 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 210 g/h a través de una conducción de suministro -14- al autoclave, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 5 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un

evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se transfirió a un reactor de tanque -164- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -166- y la conducción de transferencia -25-. Se suministró una solución acuosa de hidróxido de sodio (fabricada por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón, concentración de 8 mol/L) al reactor de tanque -164- desde una conducción de suministro aproximadamente a 3 L/h y se hizo burbujear dióxido de carbono a presión normal a través de la solución acuosa, tras lo cual se absorbió el dióxido de carbono. La solución acuosa con el dióxido de carbono absorbido en la misma se transfirió a un reactor de tanque -165- a través de una conducción de transferencia -27-, y se hizo reaccionar con una solución acuosa de ácido sulfúrico (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón, concentración de 47%) que se suministró aproximadamente a 3,5 L/h desde una conducción de suministro -28-, y la solución acuosa que había sido sometida a la reacción se recuperó desde una conducción de recuperación -29-, mientras que el dióxido de carbono eliminado se recicló a través del aparato de producción del complejo de dióxido de carbono -140- a través de la conducción de transferencia -30-, un compresor -163-, y la conducción de transferencia -9-. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario se detuvo el suministro del dióxido de carbono desde la conducción de suministro -13-, y el dióxido de carbono no utilizado fue transferido fuera desde la conducción de transferencia -17- aproximadamente a 764 g/h. La mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono obtenida era un líquido, tal como en el Ejemplo 18, y se pudo transferir a través de la conducción de transferencia -10- a una temperatura de 40 °C y una presión de 0,05 MPa-G sin problemas, tal como que ocurriera la obstrucción de la conducción de transferencia. Además, no se observó flujo de gas a través de la conducción de ventilación -12-, siendo recuperado el dióxido de carbono no utilizado reciclado en forma de mezcla que contiene el complejo de dióxido de carbono. La mezcla se muestreó y se sometió a análisis elemental, después de lo cual se encontró que la relación molar entre los átomos de estaño, dióxido de carbono, y los grupos OR en la mezcla ($Z:(CO_2)_x:(OR)_y$) era tal que $x = 1,32$ e $y = 1,71$. Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5330 g/h a un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-. Después que comenzó el reciclaje de dióxido de carbono, el rendimiento de carbonato de bis(3-metilbutilo) disminuyó gradualmente, alcanzando un estado estacionario aproximadamente a 850 g/h.

Ejemplo comparativo 7

Se preparó 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano utilizando el mismo procedimiento que en la etapa A del ejemplo 18, y, a continuación, se preparó un carbonato en la etapa siguiente.

Se preparó un carbonato utilizando un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 11. El aparato no estaba provisto de un aparato de producción del complejo de dióxido de carbono, sino que el dióxido de carbono sin reaccionar se recuperó haciéndolo reaccionar con una solución acuosa de un álcali. 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano se suministró a razón de 4388 g/h desde una conducción de transferencia -4- a un reactor de columna -120- de diámetro interior de 151 mm y longitud efectiva de 5040 mm relleno con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza), y 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) que se había purificado en una columna de destilación -110- se suministraron a razón de 14952 g/h desde una conducción de transferencia -2- en el reactor de columna -120-. La temperatura del líquido en el reactor se ajustó a 160 °C utilizando un calentador y un generador de vapor ("reboiler") -121- y la presión se ajustó aproximadamente a 120 kPa-G utilizando una válvula reguladora de presión. El tiempo de residencia en el reactor fue de aproximadamente 17 minutos. Se transfirieron aproximadamente 14000 g/h de 3-metil-1-butanol que contenía agua desde una parte superior del reactor a través de una conducción de transferencia -6-, y aproximadamente 825 g/h de 3-metil-1-butanol (fabricado por Kuraray Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de suministro -1-, a la columna de destilación -110- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y tenía un generador de vapor ("reboiler") -111- y un condensador -112-, y la purificación se llevó a cabo por destilación. El destilado que contiene una alta concentración de agua se condensó desde una parte superior de la columna de destilación -110- mediante el condensador -112-, y se recuperó desde una conducción de recuperación -3-. Se transfirió 3-metil-1-butanol purificado a través de la conducción de transferencia -2- desde una parte inferior de la columna de destilación -110-. Se obtuvo una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y 1,1,3,3-tetrabutil-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano desde una parte inferior del reactor de columna -120-, y se suministró a un evaporador de película delgada -130- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de una conducción de transferencia -5-. Se evaporó el 3-metil-1-butanol utilizando el evaporador de película delgada -130-, y se retornó al reactor de columna -120- a través del condensador -132-, una conducción de transferencia -8- y la conducción de transferencia -4-. La composición de alcóxido de alquilestaño se obtuvo desde una parte inferior del evaporador de película delgada -130-, conteniendo

esta composición aproximadamente el 74% en peso de dibutil-bis(3-metilbutiloxi)estaño y aproximadamente el 25% en peso de 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-bis(3-metilbutiloxi)-diestanoxano. La composición se enfrió aproximadamente a 80 °C utilizando un enfriador -131-, y se suministró a través de la conducción de transferencia -7- y una bomba de refuerzo -141- a un caudal aproximadamente de 5130 g/h a un autoclave -150- equipado con un agitador. Se suministró dióxido de carbono aproximadamente a 974 g/h a través de una conducción de suministro -13-, una conducción de transferencia -9- y una conducción de suministro -14- al autoclave, siendo mantenida la presión en la autoclave a 4 MPa-G. La temperatura en el autoclave se ajustó a 120 °C, y el tiempo de residencia se ajustó aproximadamente a 5 horas, tras lo cual se obtuvo un líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) que contiene dióxido de carbono no utilizado. El líquido de reacción se transfirió a través de una conducción de transferencia -15- y una válvula de regulación a un evaporador de película delgada -160- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado a una temperatura aproximadamente de 120 °C y una presión aproximadamente de 13 kPa. Se separó el dióxido de carbono no utilizado en forma gaseosa, y se transfirió a un reactor de tanque -164- a través de un enfriador -162-, una conducción de transferencia -17-, un compresor -166- y la conducción de transferencia -25-. Se suministró una solución acuosa de hidróxido de sodio (fabricada por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón, concentración de 8 mol/L) al reactor de tanque -164- desde una conducción de suministro -26- aproximadamente a 3 L/h y se hizo burbujear dióxido de carbono a presión normal a través de la solución acuosa, tras lo cual se absorbió el dióxido de carbono. La solución acuosa con el dióxido de carbono absorbido en la misma se transfirió a un reactor de tanque -165- a través de una conducción de transferencia -27-, y se hizo reaccionar con una solución acuosa de ácido sulfúrico (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón, concentración de 47%) que se suministró aproximadamente a 3,5 L/h desde una conducción de suministro -28-, y la solución acuosa que había sido sometida a la reacción se recuperó desde una conducción de recuperación -29-, mientras que el dióxido de carbono eliminado se recicló al autoclave -150- a través de la conducción de transferencia -30-, un compresor -163-, la conducción de transferencia -9-, y la conducción de suministro -14-. Al mismo tiempo, la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- se redujo gradualmente, y en un estado estacionario la cantidad de dióxido de carbono no utilizado que fluye a través de la conducción de transferencia -17- era aproximadamente de 763 g/h y la cantidad de dióxido de carbono suministrado desde la conducción de suministro -13- era aproximadamente de 210 g/h.

Se transfirió el líquido de reacción que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo) separado en el evaporador de película delgada -160- a través de una conducción de transferencia -16- con el caudal ajustado aproximadamente a 5330 g/h a un evaporador de película delgada -170- (fabricado por Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) ajustado aproximadamente a 142 °C y aproximadamente 0,5 kPa, y se obtuvo un destilado que contiene carbonato de bis(3-metilbutilo). El destilado se suministró aproximadamente a 950 g/h a través de un condensador -172- y una conducción de transferencia -19- a una columna de destilación -180- rellena con un relleno Metal Gauze CY (fabricado por Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y disponía de un generador de vapor ("reboiler") -181- y un condensador -182-, y la purificación se llevó a cabo por destilación, siendo obtenido el 99% en peso de carbonato de bis(3-metilbutilo) a 944 g/h desde una conducción de recuperación -20-. Después que comenzó el reciclaje de dióxido de carbono, el rendimiento de carbonato de bis(3-metilbutilo) disminuyó gradualmente, alcanzando un estado estacionario aproximadamente a 560 g/h. Se observó una reducción en la cantidad de carbonato en comparación con el ejemplo 35.

Ejemplo comparativo 8

Se transfirieron aproximadamente 60 g de hexametilendiamina (fabricada por Tokyo Chemical Industry Co., Ltd, Japón, pureza del 99%) a una botella transparente en aire y se dejó reposar a temperatura ambiente (aproximadamente 23 °C). La hexametilendiamina era incolora y transparente inmediatamente después de haber reposado, pero se había vuelto amarilla después aproximadamente de 1 año.

Ejemplo 36

El complejo de dióxido de carbono obtenido tal como en el Ejemplo 2 se calentó aproximadamente a 120 °C, a fin de eliminar el dióxido de carbono (contenido de agua aproximadamente de 10 ppm). Se hicieron reaccionar aproximadamente 800 g de dióxido de carbono a temperatura ambiente con aproximadamente 60 g de hexametilendiamina (fabricada por Tokyo Chemical Industry Co., Ltd, Japón, pureza del 99%). El carbamato de hexametilendiamina preparado de esta manera era un sólido blanco, y este sólido se transfirió a una botella transparente en aire a temperatura ambiente, tal como en el ejemplo comparativo 9 y se dejó reposar a temperatura ambiente (aproximadamente 23 °C) durante aproximadamente 1 año. Después de eso, no se había producido ningún cambio en el color del sólido, y el sólido se puso en un matraz de 300 ml, se llevó a cabo una purga con nitrógeno, y el sólido se calentó a 150 °C a presión normal, a fin de eliminar el dióxido de carbono. El calentamiento continuó hasta que no se produjo gas, tras lo cual se obtuvo un líquido transparente incoloro. El líquido se enfrió a temperatura ambiente, y se analizó, después de lo cual se encontró que el líquido era hexametilendiamina, siendo la pureza del 99%.

Ejemplo comparativo 9

El dióxido de carbono obtenido en el ejemplo comparativo 6 (contenido de agua de aproximadamente 6000 ppm) se

hizo reaccionar a temperatura ambiente con aproximadamente 60 g de hexametilendiamina (fabricada por Tokyo Chemical Industry Co., Ltd, Japón, pureza del 99%). El carbamato de hexametilendiamina preparado de esta manera era un sólido blanco, y este sólido se transfirió a una botella transparente en aire a temperatura ambiente, tal como en el ejemplo comparativo 9 y se dejó reposar a temperatura ambiente (aproximadamente 23 °C) durante aproximadamente 1 año. Después de eso, no se había producido ningún cambio en el color del sólido, y el sólido se puso en un matraz de 300 ml, se llevó a cabo una purga con nitrógeno, y el sólido se calentó a 150 °C a presión normal, a fin de eliminar el dióxido de carbono. El calentamiento continuó hasta que no se produjo gas, tras lo cual se obtuvo un líquido transparente incoloro. El líquido se enfrió a temperatura ambiente, y se analizó, después de lo cual se encontró que el líquido era hexametilendiamina, siendo la pureza aproximadamente del 99%.

Aplicabilidad industrial

[0248] Mediante la utilización de la mezcla de acuerdo con la presente invención, el dióxido de carbono puede ser transferido como una mezcla líquida, y, además, dióxido de carbono obtenido de la mezcla no contiene sustancialmente agua. Además, la mezcla de acuerdo con la presente invención se puede obtener fácilmente por reacción de dióxido de carbono gaseoso y una composición alcóxido de alquilestaño juntos, y por lo tanto se puede utilizar como una mezcla de utilización de dióxido de carbono de recuperación con una buena eficiencia. La presente invención es por lo tanto muy útil industrialmente.).

REIVINDICACIONES

1. Mezcla para la transferencia de dióxido de carbono, que comprende:

5 una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene un alcóxido de alquilestaño y un complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño; y dióxido de carbono; en la que siendo Z el número de moles de los átomos de estaño en el alcóxido de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla, siendo (CO₂) el dióxido de carbono incorporado en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y el dióxido de carbono contenido en la mezcla, y siendo (OR) los grupos contenidos en la mezcla, en la que O en cada uno de los grupos OR representa un átomo de oxígeno, y R representa un grupo alifático o un grupo aralquilo, siendo (i) R de un grupo OR que forma un enlace estaño-OR y/o (ii) R de un grupo OR que forma un enlace -O-(CO)-OR en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, en una relación Z:(CO₂)_x:(OR)_y, una proporción molar representada por x está en el intervalo de 0,1 a 2, y una proporción molar representada por y está en un intervalo de 0,5 a 2.

20 2. Mezcla, según la reivindicación 1, en la que la mezcla se obtiene mediante la absorción de dióxido de carbono gaseoso en la composición de alcóxido de alquilestaño, y llevando a cabo una reacción química.

3. Mezcla, según la reivindicación 1 ó 2, en la que cada uno de los grupos R es un grupo alifático.

25 4. Mezcla, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que cada uno de los grupos R es un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono.

5. Mezcla, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que cada uno de los grupos R es un grupo alquilo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono.

30 6. Mezcla, según la reivindicación 2, en la que la reacción química se produce a una presión en un intervalo desde la presión normal hasta 1 MPa.

35 7. Mezcla, según la reivindicación 2, en la que la reacción química se produce a una temperatura en un intervalo de -40 a 80 °C.

8. Mezcla, según la reivindicación 2, en la que la composición de alcóxido de alquilestaño se encuentra en estado líquido cuando el dióxido de carbono gaseoso es absorbido en la misma.

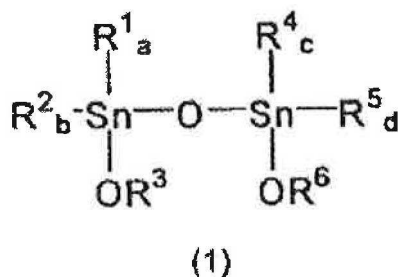
40 9. Mezcla, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que la mezcla se transfiere a una temperatura en el intervalo de -40 a 80 °C.

10. Mezcla, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en la que la composición de alcóxido de alquilestaño contiene un tetraalquildialcoxidiestanoxano y/o un dialcóxido de dialquilestaño.

45 11. Mezcla, según la reivindicación 10, en la que la relación molar entre el tetraalquildialcoxidiestanoxano y el dialcóxido de dialquilestaño contenida en la composición de alcóxido de alquilestaño está en el intervalo de 0:100 a 80:20.

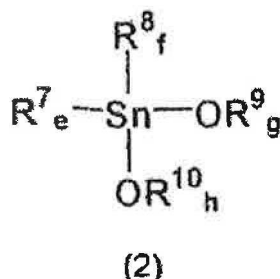
50 12. Mezcla, según la reivindicación 10 u 11, en la que la mezcla contiene además un carbonato, siendo el contenido de carbonato menor del 20% molar basado en el número de moles del tetraalquildialcoxidiestanoxano en la composición de alcóxido de alquilestaño.

55 13. Mezcla, según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en la que el tetraalquildialcoxidiestanoxano es un tetraalquildialcoxidiestanoxano representado por la siguiente fórmula general (1):



en la que R^1 , R^2 , R^4 , y R^5 representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, R^3 y R^6 representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, a y b son números enteros de 0 a 2 con $a + b = 2$, y c y d son números enteros de 0 a 2 con $c + d = 2$.

- 5 14. Mezcla, según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en la que el dialcóxido de dialquilestaño es un dialcóxido de dialquilestaño representado por la siguiente fórmula general (2)



- 10 en la que R^7 y R^8 representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, R^9 y R^{10} representan independientemente un grupo alifático o un grupo aralquilo, e y f son números enteros de 0 a 2 con $e + f = 2$, y g y h son números enteros de 0 a 2 con $g + h = 2$.

- 15 15. Mezcla, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en la que la composición alcóxido de alquilestaño es una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene un componente monómero, agregado, o polimérico, como mínimo, de un alcóxido de dialquilestaño,

- 20 16. Procedimiento de producción de carbonato, que comprende hacer reaccionar la mezcla, según la reivindicación 1 con dióxido de carbono.

17. Procedimiento de producción de carbonato, según la reivindicación 16, que comprende las etapas de:

- 25 etapa 1: obtener una mezcla que comprende dióxido de carbono y una composición de alcóxido de alquilestaño que contiene un complejo de dióxido de carbono de un alcóxido de alquilestaño obtenido haciendo reaccionar el alcóxido de alquilestaño con dióxido de carbono gaseoso, en el que siendo Z el número de moles de átomos de estaño en el alcóxido de alquilestaño y/o el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño contenido en la mezcla, siendo (CO_2) el dióxido de carbono incorporado en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, y el dióxido de carbono contenido en la mezcla, y siendo (OR) los grupos OR contenidos en la mezcla, en la que O en cada uno de los grupos OR representa un átomo de oxígeno, y R representa un grupo alifático o un grupo aralquilo, siendo (i) R de un grupo OR que forma un enlace estaño-OR y/o (ii) R de un grupo OR que forma un enlace -O-(CO)-OR en el complejo de dióxido de carbono del alcóxido de alquilestaño, en la relación $Z:(CO_2)_x:(OR)_y$, una proporción molar representado por x está en el intervalo de 0,1 a 2, y una proporción molar representada por y está en el intervalo de 0,5 a 2;

- 35 etapa 2: transferir la mezcla en estado líquido a una etapa de síntesis de carbonato;

etapa 3: obtener un líquido de reacción que contiene un carbonato a partir de la mezcla en presencia de dióxido de carbono; y

- 40 etapa 4: separar el dióxido de carbono como un componente gaseoso del líquido de reacción.

18. Procedimiento de producción de carbonato, según la reivindicación 17, que comprende además: después de la etapa 4:

- 45 etapa 5: reciclar el dióxido de carbono gaseoso separado en la etapa 1.

19. Procedimiento de producción de carbonato, según la reivindicación 18, que comprende además: después de la etapa 5:

- 50 etapa 6: separar el carbonato del líquido de reacción del que se ha separado el dióxido de carbono en la etapa 4, a fin de obtener un líquido residual;

etapa 7: hacer reaccionar el líquido residual con un alcohol, con el fin de obtener la composición de alcóxido de alquilestaño; y

- 55 etapa 8: reciclar la composición de alcóxido de alquilestaño a la etapa 1.

20. Procedimiento de producción de carbonato, según la reivindicación 19, en el que el alcohol es un alcohol representado por la siguiente fórmula (3):



en la que R^{11} tiene la misma definición que R en los grupos OR en la mezcla en la etapa 1.

21. Método de utilización de la recuperación de dióxido de carbono que comprende:

calentar y/o someter a presión reducida la mezcla, según la reivindicación 1, a fin de eliminar el dióxido de carbono, y utilizar el dióxido de carbono eliminado.

22. Procedimiento de producción de dióxido de un carbono gaseoso seco, que comprende obtener como un componente de la fase líquida la mezcla, según la reivindicación 1, siendo la mezcla una mezcla obtenida mediante el suministro continuo de dióxido de carbono gaseoso a un reactor y provocar una reacción química, y, simultáneamente, extraer continuamente una parte de la fase gas del reactor, con el fin de obtener el dióxido de carbono gaseoso seco que tiene un contenido de agua menor que el dióxido de carbono gaseoso suministrado continuamente.

23. Procedimiento para transferir dióxido de carbono, que comprende transferir la mezcla, según la reivindicación 1, en estado líquido.

24. Procedimiento para transferir, según la reivindicación 23, en el que la mezcla se transfiere a una temperatura en un intervalo de -40 a 80 °C.

FIG.1

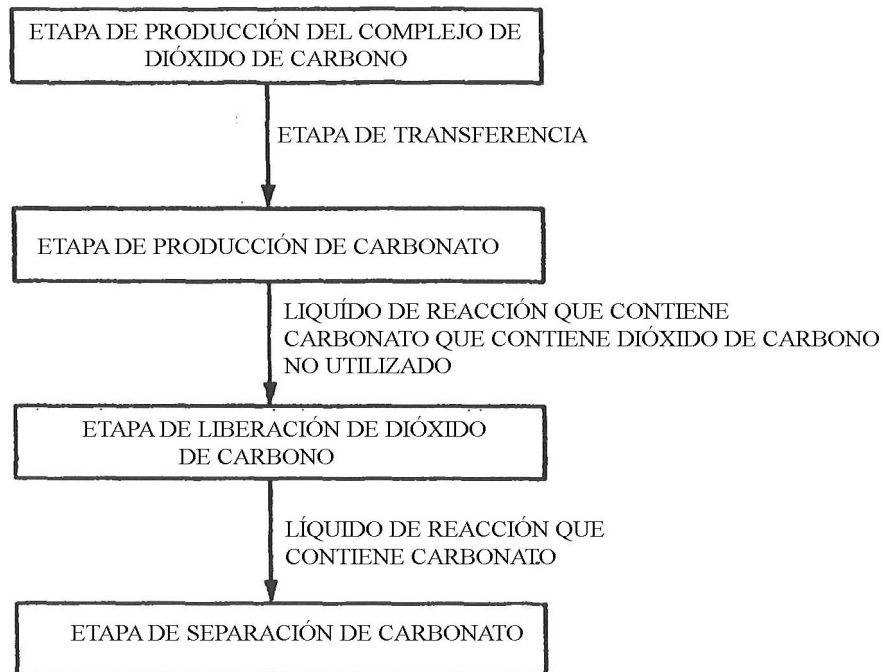


FIG.2

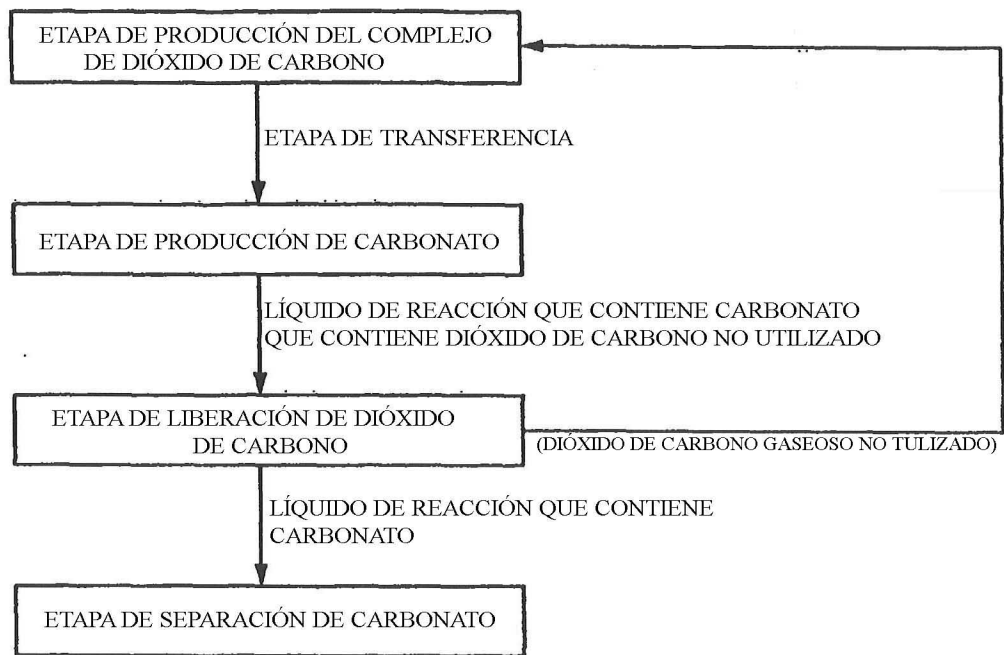


FIG.3

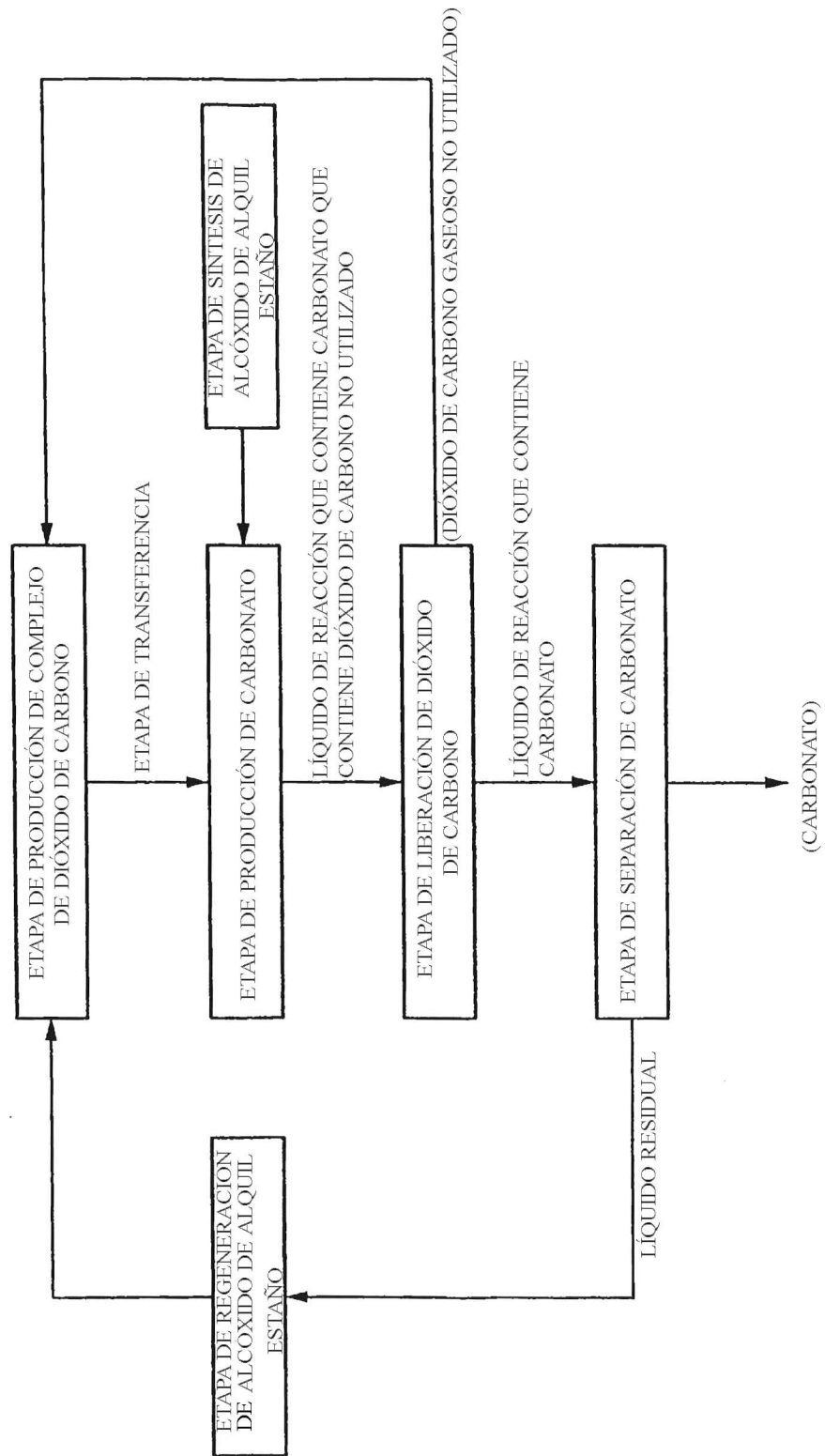


FIG.4

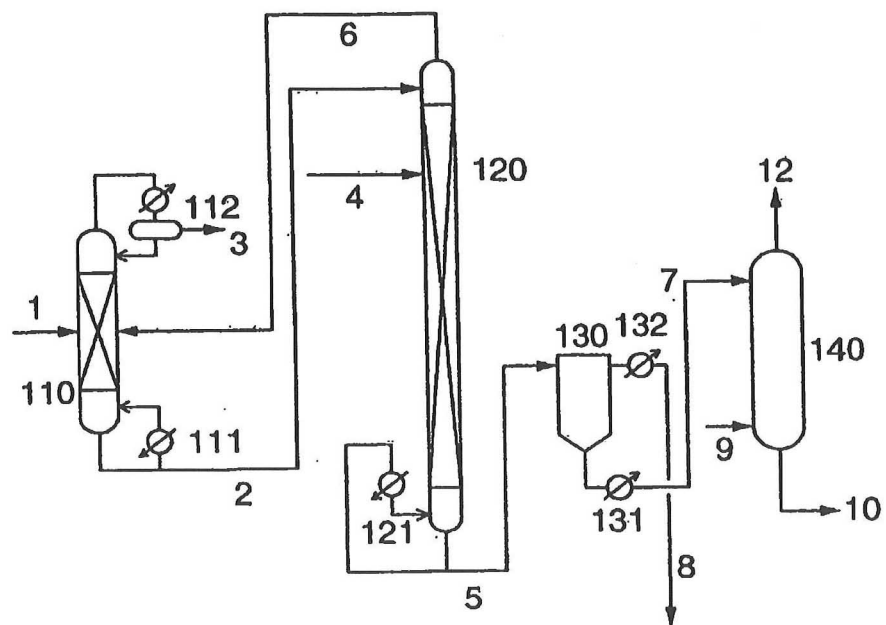


FIG.5

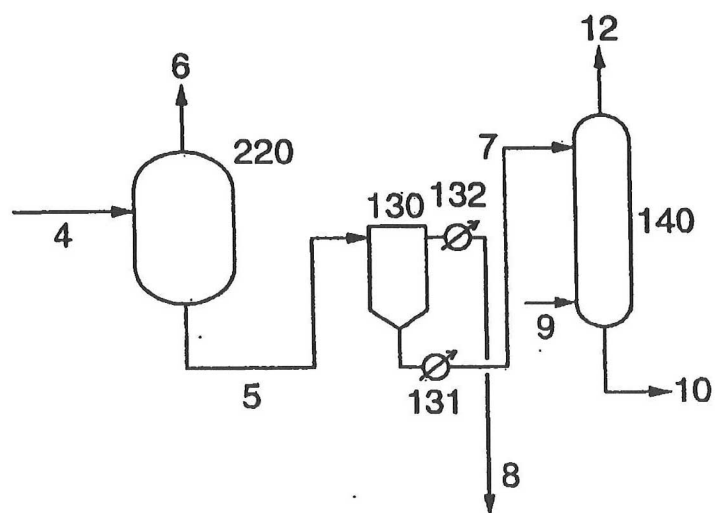


FIG.6

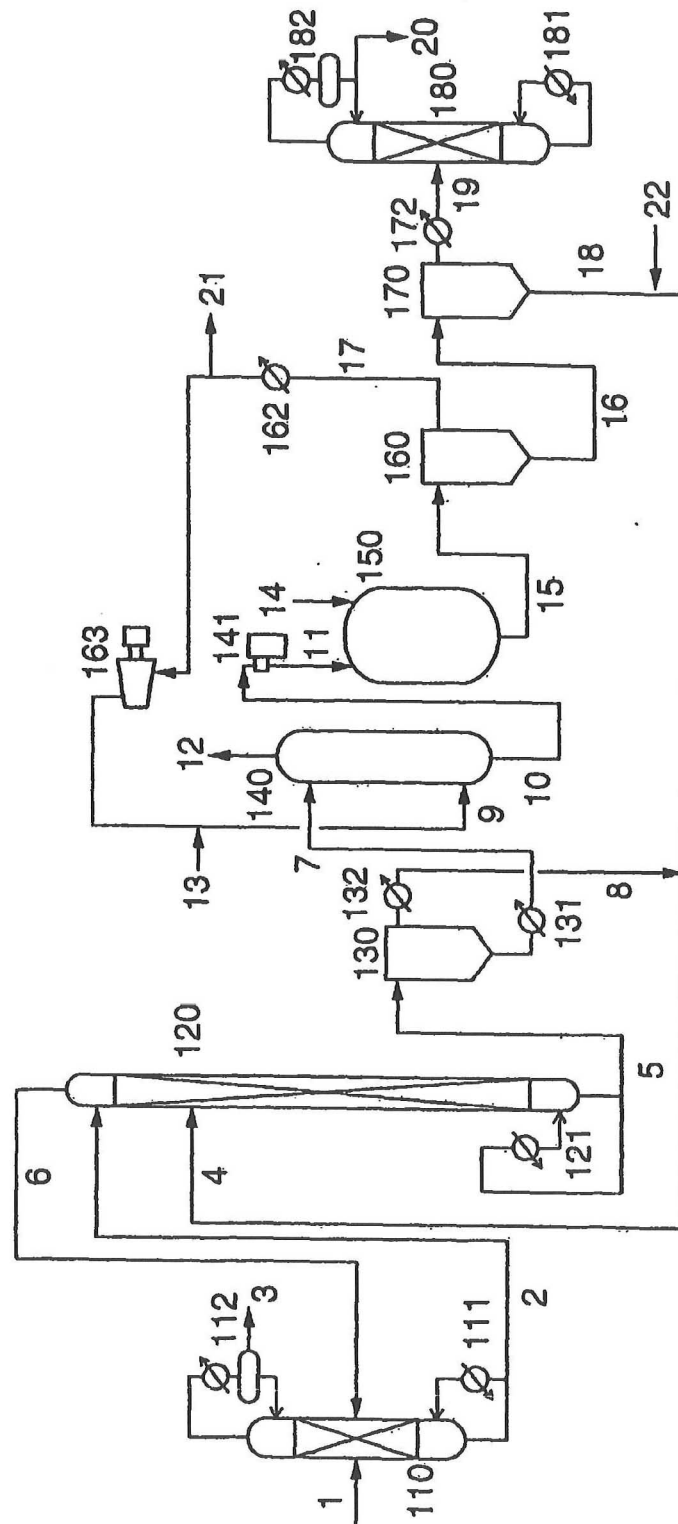


FIG.7

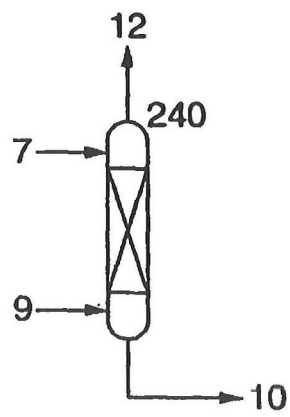


FIG.8

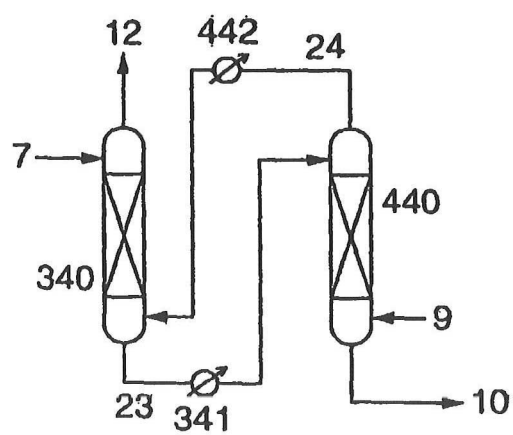


FIG.9

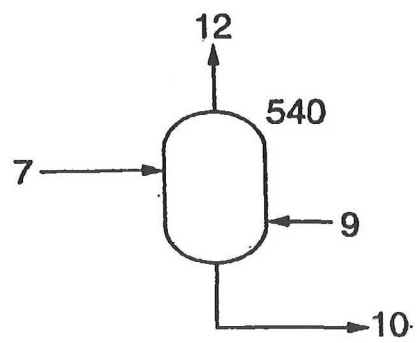


FIG.10

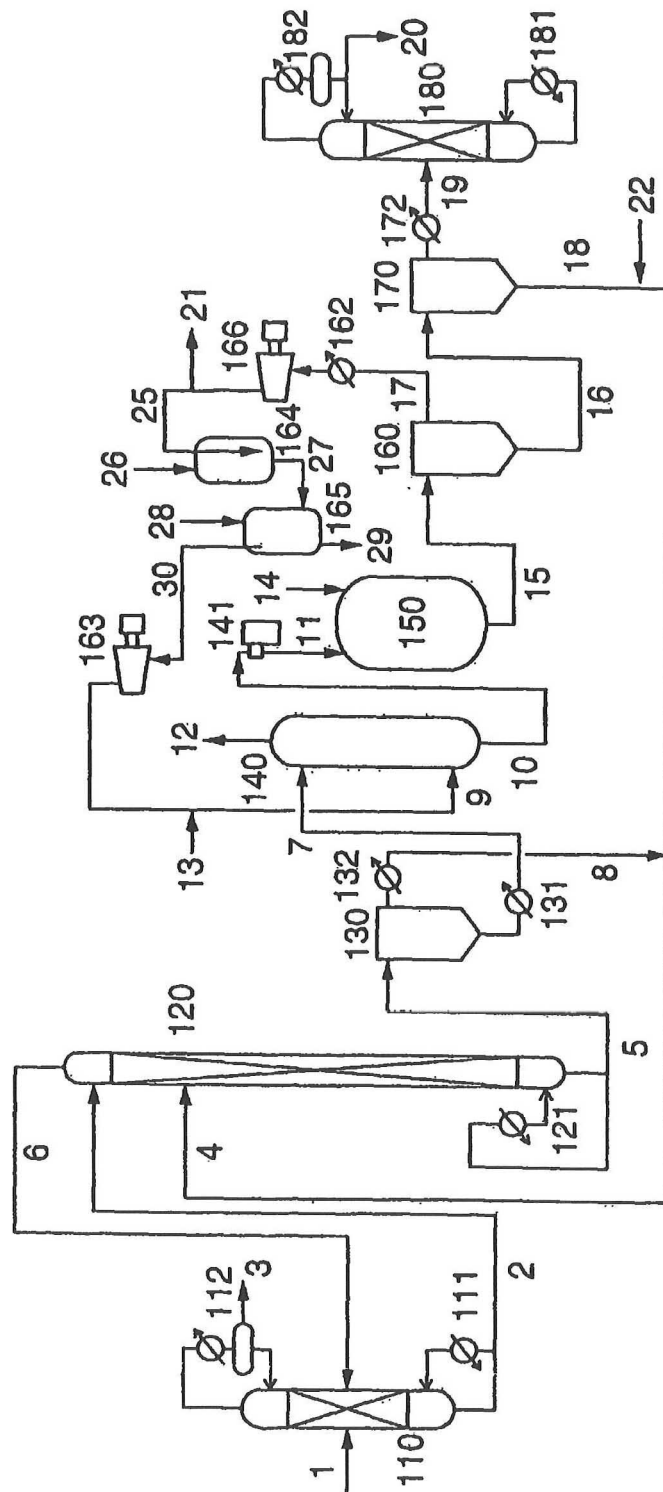


FIG.11

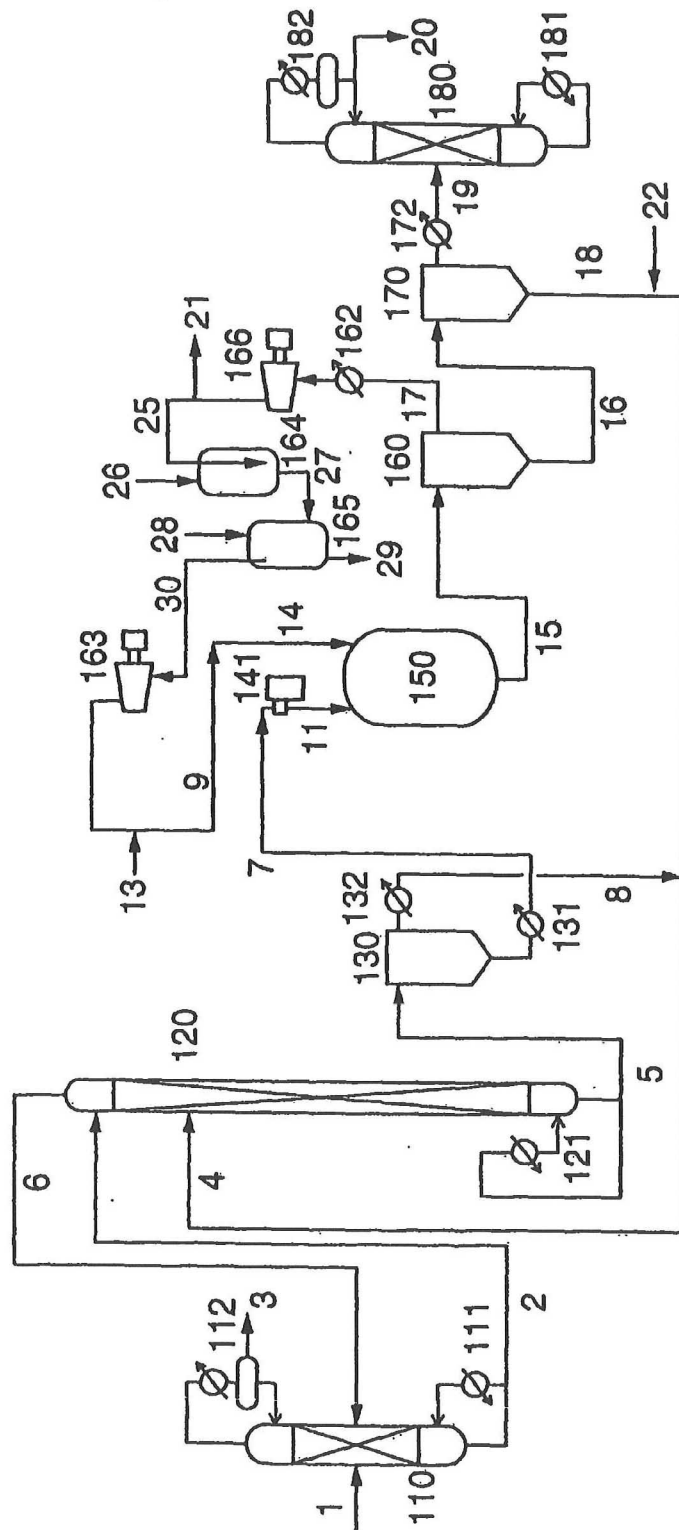


FIG.12

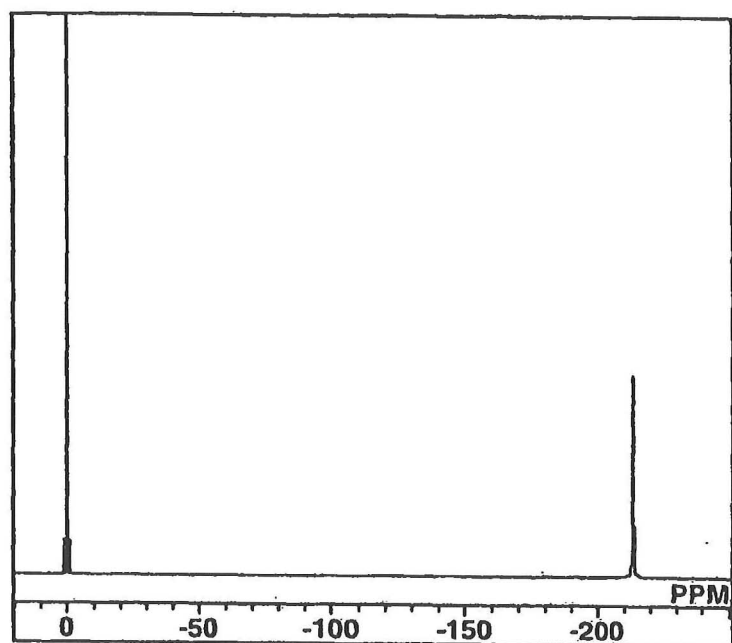


FIG.13

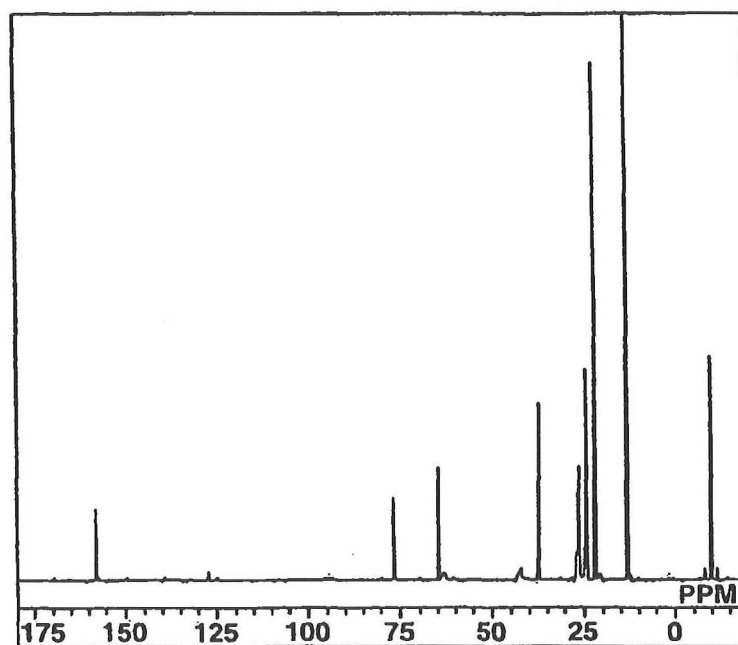


FIG.14

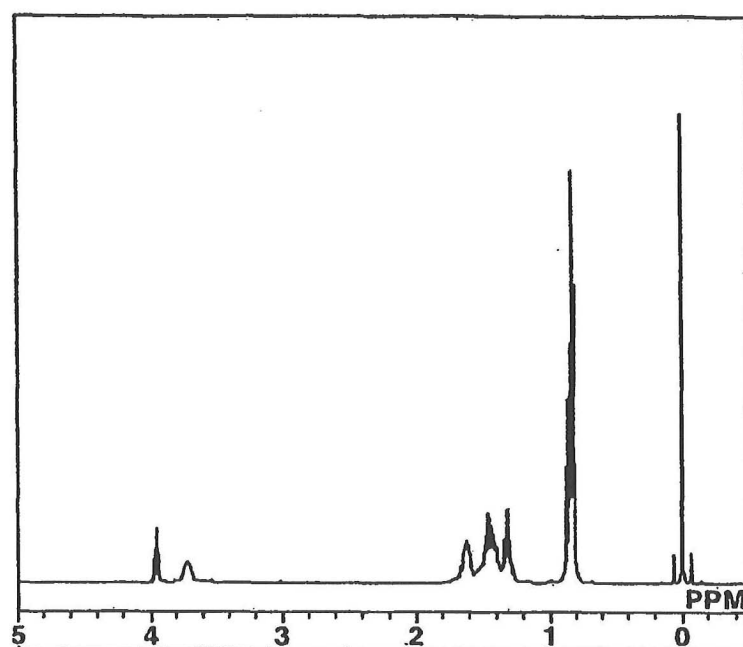


FIG.15

