

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 427 095**

51 Int. Cl.:

C07C 68/06 (2006.01)

C07C 69/96 (2006.01)

C08G 64/30 (2006.01)

C07B 61/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.12.2005 E 05816610 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.09.2013 EP 1829854**

54 Título: **Procedimiento para la producción de carbonato aromático**

30 Prioridad:

21.12.2004 JP 2004369313

21.12.2004 JP 2004369314

21.12.2004 JP 2004369315

21.12.2004 JP 2004369316

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

28.10.2013

73 Titular/es:

**ASAHI KASEI CHEMICALS CORPORATION
(100.0%)**

**1-2, YURAKU-CHO 1-CHOME, CHIYODA-KU
TOKYO 100-8440, JP**

72 Inventor/es:

MIYAKE, NOBUHISA

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Carlos

ES 2 427 095 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de carbonato aromático

5 Sector técnico

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar un carbonato aromático. Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento capaz de preparar un carbonato aromático de elevada pureza, estable durante un largo periodo de tiempo, que comprende hacer reaccionar un material de partida seleccionado del grupo que comprende un carbonato de dialquilo, un carbonato de alquilarilo y una mezcla de los mismos y un reactivo seleccionado del grupo que comprende un compuesto monohidroxi aromático, un carbonato de alquilarilo y una mezcla de los mismos en presencia de un catalizador que contiene metal, que tiene un peso molecular de 450 o más y que está en forma de líquido o disuelto en una fase líquida en el sistema de reacción, con eliminación por destilación del subproducto de alcohol y/o subproducto de carbonato de dialquilo al exterior del sistema de reacción.

15

Antecedentes de la técnica

El carbonato aromático es útil como materia prima para preparar policarbonato aromático, que es cada vez más importante como plástico técnico, sin utilizar fosgeno tóxico, o como materia prima para la preparación de isocianato sin utilizar fosgeno tóxico. Haciendo referencia al procedimiento de preparación de un carbonato aromático, se conoce un procedimiento, que comprende someter a una transesterificación carbonato de dialquilo, carbonato de alquilarilo o una mezcla de los mismos, que es un material de partida y un compuesto monohidroxi aromático, un carbonato de alquilarilo o una mezcla de los mismos, que es un reactivo, para preparar un carbonato aromático correspondiente o una mezcla de carbonatos aromáticos.

25

Sin embargo, todas estas transesterificaciones son una reacción de equilibrio, y debido al equilibrio favorecido por el reactivo y su baja velocidad de reacción, ha sido muy difícil la producción industrial de carbonato aromático mediante este procedimiento. Se han propuesto varias estrategias con el fin de introducir mejoras en este procedimiento, y la mayoría de ellas se refieren a catalizadores para aumentar la velocidad de reacción y son conocidos varios catalizadores que contienen metales. En un procedimiento para preparar carbonato de alquilarilo, carbonato de diarilo o una mezcla de los mismos mediante una reacción entre el carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxi aromático, documento JP2004323384, se propusieron los siguientes catalizadores como tales catalizadores: ácido de Lewis tal como haluro de metal de transición o un compuesto que produce ácido de Lewis (Documento de patente 1, Documento de patente 2, Documento de patente 3 (que se corresponde con los Documentos de patente 4 a 6)), compuestos de estaño tales como alcóxido de estaño orgánico y óxido de estaño orgánico (Documento de patente 7 (que se corresponde con el Documento de patente 8)), Documento de patente 9, Documento de patente 10 (que se corresponde con el Documento de patente 11), Documento de patente 12 (que se corresponde con el Documento de patente 13), Documento de patente 14 y Documento de patente 15), sales y alcóxidos de metal alcalino o metal alcalinotérreo (Documento de patente 16), compuestos de plomo (Documento de patente 16), complejos de metal tal como cobre, hierro o zirconio (Documento de patente 17), titanatos (Documento de patente 18 que se corresponde con el Documento de patente 19), una mezcla de ácido de Lewis y ácido protónico (Documento de patente 20 que se corresponde con el Documento de patente 21), un compuesto de Sc, Mo, Mn, Bi, Te (Documento de patente 22) y acetato férrico (Documento de patente 23).

Además, en un procedimiento de producción de carbonato de diarilo mediante desproporción de carbonato de diarilo y carbonato de diarilo mediante una transesterificación entre el mismo tipo de moléculas de carbonato de alquilarilo, se propusieron los siguientes catalizadores como tales catalizadores: ácido de Lewis y un compuesto de metal de transición que puede producir ácido de Lewis (Documento de patente 24 que se corresponde con los Documentos de patente 25 y 26), un compuesto de estaño polimérico (Documento de patente 27 que se corresponde con el Documento de patente 28), un compuesto representado por la fórmula $R-X(=O)OH$ (en la que X se selecciona entre Sn y Ti y R se selecciona entre grupos hidrocarburo monovalentes) (Documento de patente 29, que se corresponde con el Documento de patente 30), una mezcla de ácido de Lewis y ácido protónico (Documento de patente 31, que se corresponde con el Documento de patente 32), un catalizador de plomo (Documento de patente 33), un compuesto de titanio o zirconio (Documento de patente 34), un compuesto de estaño (Documento de patente 35) y un compuesto de Sc, Mo, Mn, Bi, Te (Documento de patente 36).

Por otra parte, también se ha intentado mejorar el rendimiento de carbonato aromático mediante el desplazamiento del equilibrio hacia el lado de los productos tanto como sea posible mediante el diseño de un sistema de reacción adecuado. Por ejemplo, se ha propuesto un procedimiento en el que metanol subproducto se elimina por destilación junto con un agente azeotrópico por destilación azeotrópica en una reacción entre carbonato de dimetilo y fenol (Documento de patente 37 y correspondientes Documentos de patente 38 y 39, Documento de patente 40) y un procedimiento en el que el metanol subproducto se elimina por adsorción utilizando un tamiz molecular (Documento de patente 41, que se corresponde con el Documento de patente 42).

Además, también se conoce un procedimiento en el que el alcohol producido por la reacción mencionada anteriormente se separa por destilación a partir de una mezcla de reacción utilizando un aparato que tiene una

columna de destilación en la parte superior de un reactor (ejemplos del Documento de patente 43 que se corresponde con el Documento de patente 44, ejemplos del Documento de patente 45, ejemplos del Documento de patente 46 y correspondiente Documento de patente 47, ejemplos del Documento de patente 48, que se corresponde con el Documento de patente 49, ejemplos del Documento de patente 50, que es el correspondiente Documento de patente 51), ejemplos de los Documentos de patente 52, 53 y 54).

Los procedimientos más preferentes incluyen un procedimiento en el que se suministran carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxilo aromático de forma continua a una columna de destilación de múltiples etapas y reaccionan de forma continua en la columna a la vez que se eliminan de forma continua los componentes de bajo punto de ebullición producidos, incluyendo el alcohol, mediante destilación y se extraen los productos generados que contienen carbonato de alquilarilo de la parte inferior de la columna (Documento de patente 55), y un procedimiento en el que carbonato de alquilarilo se suministra de forma continua a una columna de destilación de múltiples etapas y se hace reaccionar de forma continua en la columna a la vez que se eliminan los componentes de bajo punto de ebullición producidos, incluyendo carbonato de dialquilo, mediante destilación y se extraen los productos generados que contienen carbonato de diarilo de la parte inferior de la columna (Documento de patente 56). Estos procedimientos son las primeras divulgaciones de preparación eficaz y continua de carbonato aromático. A partir de entonces se han presentado procedimientos de preparación continua similares, tales como un procedimiento en el que los materiales se ponen en contacto en un reactor de tipo columna para llevar a cabo la transesterificación (Documentos de patente 57, 58 y 59), un procedimiento en el que una serie de recipientes de reacción están conectados en serie (Documentos de patente 60 y 61), un procedimiento en el que se utiliza un reactor de columna de burbujas (Documento de patente 62) y un procedimiento en el que se utiliza un recipiente de reacción vertical (Documento de patente 63).

En cuanto a la producción industrial de carbonato aromático mediante estos procedimientos, también se han propuesto procedimientos para el funcionamiento estable y a largo plazo. El Documento de patente 64 da a conocer un procedimiento en el que se elimina alcohol alifático de una columna de destilación conectada a un reactor, de manera que la concentración del alcohol alifático en el reactor es del 2% en peso o menos tras la preparación de carbonato aromático a partir de carbonato de dialquilo y un compuesto hidroxilo aromático, y se describe que se obtiene un funcionamiento continuo estable. El procedimiento de la publicación se refiere a evitar problemas de precipitación del catalizador en la columna de destilación. Además, el Documento de patente 65 da a conocer un procedimiento que permite un funcionamiento estable a largo plazo mediante la supresión de la precipitación de catalizador mediante el control de la proporción en peso de un compuesto polihidroxilo aromático y/o un residuo del mismo a 2 o menos en relación con el componente de metal del catalizador en una materia líquida en el sistema que contiene el catalizador.

Por otra parte, el catalizador utilizado en este sistema de reacción por lo general se disuelve en una mezcla de reacción en condiciones de reacción, y tiene un punto de ebullición más alto que el carbonato aromático. Por lo tanto, para obtener carbonato aromático de alta pureza a partir de la mezcla de reacción, se eliminan en primer lugar los componentes de bajo punto de ebullición de la mezcla y, a continuación, se separa carbonato de diarilo de los componentes de alto punto de ebullición del catalizador con el fin de purificar el carbonato de diarilo. Es sabido que el catalizador se puede recuperar y reutilizar como componente de alto punto de ebullición en ese caso, y se pueden eliminar los componentes desactivados. Ejemplos de dicho procedimiento de separación de catalizador se describen en el Documento de patente 66.

Es sabido que los compuestos de titanio son excelentes catalizadores (por ejemplo, Documentos de patente 67 y 68). Sin embargo, cuando se utilizan catalizadores en base a titanio, por ejemplo, fenóxido de titanio: $Ti(OPh)_4$ o alcóxido de titanio: $Ti(OR)_4$, existe un problema que el diaril carbonato, que es el producto final, es de color rojo oscuro tal como se describe en el Documento de patente 69. Esto se debe a que el butóxido de titanio: $Ti(OBu)_4$ utilizado habitualmente tiene un punto de ebullición de 206 °C a 1,3 kPa y el fenóxido de titanio utilizado habitualmente tiene un punto de ebullición de aproximadamente 250 °C aproximadamente a 27 Pa (Documento de patente 1), que también se separan por destilación en una proporción correspondiente a su presión de vapor después de la separación de carbonato de diarilo por destilación y, por lo tanto, no se separa suficientemente del producto. Además, tal como se describe en el Documento de patente 70, se ha informado de la degradación del catalizador y el deterioro del carbonato de diarilo debido a la elevada temperatura en la separación de fenóxido de titanio. Además, el Documento de patente 71 describe el problema de que cuando se utiliza $Ti(OPH)_4$ y se suministra una mezcla de materiales de partida y un catalizador a una columna de destilación continua de etapas múltiples para continuar la reacción, se puede obstruir la columna de destilación. Por lo tanto, los muy conocidos catalizadores en base a titanio tienen problemas debido a su alta presión de vapor en condiciones de reacción, la separación del carbonato de diarilo producido es difícil, y la fracción a elevada temperatura durante un largo período provoca la degradación del catalizador, la obstrucción de la columna de destilación y el deterioro de carbonato de diarilo.

[Documento de patente 1] JP-A-51-105032

[Documento de patente 2] JP-A-56-123948

[Documento de patente 3] JP-A-56-123949

[Documento de patente 4] DE 2528412

[Documento de patente 5] Patente de GB No. 1499530

- [Documento de patente 6] Patente de EE.UU. No. 4.182.726
 [Documento de patente 7] JP-A-54-48.733
 [Documento de patente 8] DE 2736062
 [Documento de patente 9] JP-A-54-63.023
 5 [Documento de patente 10] JP-A-60-169444
 [Documento de patente 11] Patente de EE.UU. No. 4.554.110
 [Documento de patente 12] JP-A-60-169445
 [Documento de patente 13] Patente de EE.UU. No. 4.552.704
 [Documento de patente 14] JP-A-62-277345
 10 [Documento de patente 15] JP-A-1-265063
 [Documento de patente 16] JP-A-57-176932
 [Documento de patente 17] JP-A-57-183745
 [Documento de patente 18] JP-A-58-185536
 [Documento de patente 19] Patente de EE.UU. No. 4.410.464
 15 [Documento de patente 20] JP-A-60-173016
 [Documento de patente 21] Patente de EE.UU. No. 4.609.501
 [Documento de patente 22] JP-A-1-265064
 [Documento de patente 23] JP-A-61-172852
 [Documento de patente 24] JP-A-51-75044
 20 [Documento de patente 25] DE 2552907
 [Documento de patente 26] Patente de EE.UU. No. 4.045.464
 [Documento de patente 27] JP-A-60-169444
 [Documento de patente 28] Patente de EE.UU. No. 4.554.110
 [Documento de patente 29] JP-A-60-169445
 25 [Documento de patente 30] Patente de EE.UU. No. 4.552.704
 [Documento de patente 31] JP-A-60-173016
 [Documento de patente 32] Patente de EE.UU. No. 4.609.501
 [Documento de patente 33] JP-A-1-93560
 [Documento de patente 34] Patente Japonesa No. 2540590
 30 [Documento de patente 35] JP-A-1-265063
 [Documento de patente 36] JP-A-1-265064
 [Documento de patente 37] JP-A-54-48732
 [Documento de patente 38] DE 736063
 [Documento de patente 39] Patente de EE.UU. No. 4.252.737
 35 [Documento de patente 40] JP-A-61-291545
 [Documento de patente 41] JP-A-58-185536
 [Documento de patente 42] Patente de EE.UU. No. 410.464
 [Documento de patente 43] JP-A-56-123948
 [Documento de patente 44] Patente de EE.UU. No. 4.182.726
 40 [Documento de patente 45] JP-A-56-25138
 [Documento de patente 46] JP-A-60-169444
 [Documento de patente 47] Patente de EE.UU. No. 4.554.110
 [Documento de patente 48] JP-A-60-169445
 [Documento de patente 49] Patente de EE.UU. No. 4.552.704
 45 [Documento de patente 50] JP-A-60-173016
 [Documento de patente 51] Patente de EE.UU. No. 4.609.501
 [Documento de patente 52] Ejemplos de JP-A-61-172852
 [Documento de patente 53] Ejemplos de JP-A-61-291545
 [Documento de patente 54] JP-A-62-277345
 50 [Documento de patente 55] JP-A-3-291257
 [Documento de patente 56] JP-A-4-9358
 [Documento de patente 57] JP-A-6-41022
 [Documento de patente 58] JP-A-6-157424
 [Documento de patente 59] JP-A-6-184058
 55 [Documento de patente 60] JP-A-6-234707
 [Documento de patente 61] JP-A-6-263.694
 [Documento de patente 62] JP-A-6-298700
 [Documento de patente 63] JP-A-6-345697
 [Documento de patente 64] JP-A-6-157410
 60 [Documento de patente 65] Publicación nacional de solicitud de patente internacional No. 9-11.049
 [Documento de patente 66] JP-A-9-169704
 [Documento de patente 67] Patente DE No. 2528412
 [Documento de patente 68] Patente DE No. 2552907
 [Documento de patente 69] Patente EP N ° 879
 65 [Documento de patente 70] JP-A-9-169704
 [Documento de patente 71] JP-A-2004-307400

[Documento no de patente 1] J. Inorg. Nucl. Chem. Vol. 28, 2410 (1966)

Características de la invención

5 Problemas a resolver por la invención

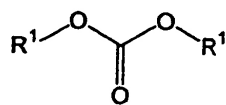
Un objetivo de la presente invención es dar a conocer un procedimiento de preparación de carbonato de diarilo de alta pureza en el que se puede separar fácilmente un catalizador, sin los problemas mencionados anteriormente, cuando se prepara un carbonato aromático haciendo reaccionar un material de partida seleccionado del grupo que comprende un carbonato de dialquilo, un carbonato de alquilarilo y una mezcla de los mismos y un reactivo seleccionado del grupo que comprende un compuesto monohidroxi aromático, un carbonato de alquilarilo y una mezcla de los mismos en presencia de un catalizador que contiene metal, con eliminación por destilación del subproducto de alcohol y/o del subproducto de carbonato de dialquilo al exterior del sistema de reacción.

15 Medios para resolver los problemas

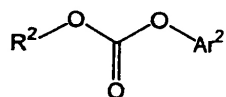
Como resultado de estudios intensivos llevados a cabo por los presentes inventores para resolver los problemas mencionados anteriormente, los inventores han descubierto que el objetivo se puede lograr mediante la utilización de un catalizador específico, que contiene metal, como catalizador cuando se prepara un carbonato aromático haciendo reaccionar un material de partida seleccionado del grupo que comprende un carbonato de dialquilo, un carbonato de alquilarilo y una mezcla de los mismos con un reactivo seleccionado del grupo que comprende un compuesto monohidroxi aromático, un carbonato de alquilarilo y una mezcla de los mismos en presencia de un catalizador que contiene metal, con la separación por destilación del subproducto de alcohol y/o subproducto de carbonato de dialquilo al exterior del sistema de reacción, y habiendo conseguido la presente invención. Sorprendentemente, la presente invención puede resolver el problema del procedimiento convencional en el que ocurre con frecuencia la obstrucción y el bloqueo de la columna de destilación cuando se suministran los reactivos y un catalizador al plato central de la columna de destilación, y la presente invención también hace que sea más fácil separar el carbonato de diarilo producido de otros componentes y, por lo tanto, se puede preparar carbonato de diarilo de alta pureza en el que la cantidad mezclada de compuesto metálico derivado del catalizador es extremadamente pequeña.

Por consiguiente, la presente invención es como se describe a continuación.

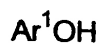
[1] Un procedimiento para preparar un carbonato aromático, que comprende hacer reaccionar un material de partida seleccionado del grupo que comprende un carbonato de dialquilo representado por la siguiente fórmula (1), un carbonato de alquilarilo representado por la siguiente fórmula (2) y una mezcla de los mismos con un reactivo seleccionado del grupo que comprende un compuesto monohidroxi aromático representado por la siguiente fórmula (3), un carbonato de alquilarilo representado por la siguiente fórmula (4) y una mezcla de los mismos en presencia de un catalizador que contiene metal, mediante la separación por destilación de subproductos de alcoholes y/o subproductos de carbonatos de dialquilo al exterior del sistema de reacción, preparando de esta manera un carbonato aromático representado por la siguiente fórmula (5) y/o la siguiente fórmula (6) que se corresponden con el material de partida y el reactivo, en el que el catalizador que contiene metal es una composición de polítitanoxano orgánico de un peso molecular de 480 o más que comprende, como mínimo, dos átomos de titanio y se disuelve en una fase líquida en el sistema de reacción o está presente en forma de líquido durante la reacción,



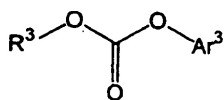
(1)



(2)

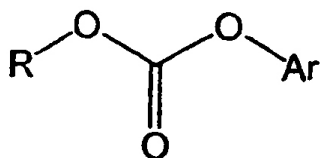


(3)

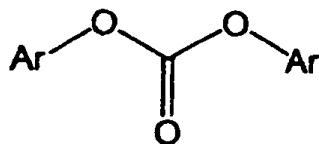


(4)

5 (en las que R^1 , R^2 y R^3 en las fórmulas (1) a (4) representan, de forma independiente, un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un grupo alicíclico que tiene de 3 a 10 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 6 a 10 átomos de carbono, y Ar^1 , Ar^2 y Ar^3 representan de forma independiente un grupo aromático que tiene de 5 a 30 átomos de carbono), y



(5)



(6)

10 (en las que R y Ar en las fórmulas (5) y (6) se seleccionan cada uno de R^1 , R^2 , R^3 , Ar^1 , Ar^2 y Ar^3 del material de partida y reactivo correspondientes).

[2] El procedimiento, según el punto [1], en el que la composición de polititanoxano orgánico contiene, como mínimo, un grupo alcoxi y/o grupo ariloxi como grupo orgánico.

15

[3] El procedimiento, según el punto [1], en el que la composición de polititanoxano orgánico se obtiene mediante una reacción de policondensación, como mínimo, de una materia prima seleccionada del grupo que comprende tetraalcoxítitanio, tetrahalotitanio (TiX_4 : X se selecciona entre Cl y Br) e hidróxido de titanio.

5 [4] El procedimiento, según el punto [3], en el que la composición de polititanoxano orgánico se obtiene llevando a cabo de forma secuencial o simultánea las dos etapas siguientes:

1) preparar un producto hidrolizado de forma parcial mediante la hidrólisis parcial de tetraalcoxítitanio y
 2) separar por destilación un componente de bajo punto de ebullición generado, incluyendo alcohol, a partir del
 10 producto parcialmente hidrolizado y someter el producto a policondensación.

[5] El procedimiento, según el punto [3], en el que la composición de polititanoxano orgánico se obtiene sometiendo el tetraalcoxítitanio a calentamiento, deseterificación y policondensación.

15 [6] El procedimiento, según el punto [3], en el que la composición de polititanoxano orgánico se obtiene llevando a cabo de forma secuencial o simultánea las tres etapas de:

- 1) preparar un producto parcialmente hidrolizado mediante la hidrólisis parcial de tetrahalotitanio,
- 2) separar por destilación un componente de bajo punto de ebullición del producto parcialmente hidrolizado y
 20 someter el producto a policondensación y
- 3) hacer reaccionar el producto resultante con alcohol, eliminar HX del mismo y alcoxilar el mismo.

[7] El procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [6], en el que la composición de polititanoxano se utiliza
 25 como tal o después del intercambio de grupos alcoxi, haciendo reaccionar la composición con una composición que comprende, como mínimo, un miembro seleccionado entre alcohol, un compuesto hidroxil aromático y éster de ácido carbónico.

[8] El procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [7], en el que el compuesto que contiene titanio contiene,
 30 como mínimo, dos átomos de Ti en una molécula.

[9] El procedimiento, según el punto [8], en el que el compuesto que contiene titanio contiene de 2 a 6 átomos de Ti en una molécula.

[10] El procedimiento, según el punto [8], en el que el compuesto que contiene titanio contiene, como mínimo, un
 35 enlace Ti-O-Ti en una molécula.

[11] El procedimiento, según el punto [1], en el que el catalizador que contiene metal tiene una presión de vapor a 230 °C de 10 Pa o inferior.

40 [12] El procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [11], en el que el catalizador que contiene metal se utiliza en una proporción de 0,0001 a 30% en peso basado en el peso total del material de partida y el reactivo.

[13] El procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [12], en el que el compuesto hidroxil aromático es fenol.

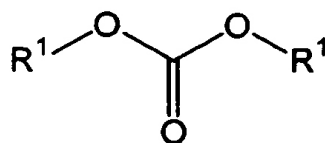
45 [14] Carbonato de difenilo preparado según el procedimiento según el punto [13], que contiene 1 ppm o menos de un componente metálico derivado del catalizador que contiene metal.

[15] Policarbonato que comprende el carbonato de difenilo preparado según el procedimiento según el punto [13],
 50 que contiene 1 ppm o menos de un componente metálico derivado del catalizador que contiene metal.

Aunque los catalizadores basados en titanio tienen una excelente acción catalítica incluyendo una buena velocidad de reacción y selectividad, tal como se describió anteriormente, ha sido difícil separar dicho catalizador de titanio o un compuesto que contiene titanio derivado del catalizador de titanio del carbonato de diarilo producido en la mezcla de reacción después de la reacción y obtener carbonato de diarilo cuyo contenido de titanio es pequeño. Un nuevo descubrimiento de que la utilización de un catalizador específico de titanio facilita la separación, ha hecho posible
 55 por primera vez obtener carbonato de diarilo cuyo contenido de titanio es pequeño, sin dificultad.

Según la presente invención, se puede preparar fácilmente carbonato de diarilo cuyo contenido de titanio es pequeño sin causar problemas tales como la coloración debida al titanio.

60 En adelante, la presente invención se describe en detalle. El carbonato de dialquilo utilizado en la presente invención está representado por la fórmula (1):

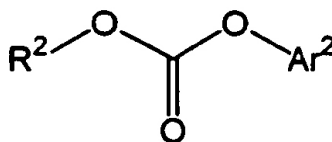


(1)

en la que R¹ representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un grupo alicíclico que tiene de 3 a 10 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 6 a 10 átomos de carbono.

5 Entre los ejemplos de carbonatos de dialquilo que contienen dicho R¹ se incluyen carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo (e isómeros del mismo), carbonato de dibutenilo (e isómeros del mismo), carbonato de dibutilo (e isómeros del mismo), carbonato de dipentilo (e isómeros del mismo), carbonato de dihexilo (e isómeros del mismo), carbonato de diheptilo (e isómeros del mismo), carbonato de dioctilo (e isómeros del mismo), carbonato de dinonilo (e isómeros del mismo), carbonato de didecilo (e isómeros del mismo), carbonato de dicitropentilo, carbonato de dicitrohexilo, carbonato de dicitroheptilo, carbonato de dibencilo, carbonato de difenetilo (e isómeros del mismo), carbonato de di(fenilpropilo) (e isómeros del mismo), carbonato de di(fenilbutilo) (e isómeros del mismo), carbonato de di(clorobencilo) (e isómeros del mismo), carbonato de di(metoxibencilo) (e isómeros del mismo), carbonato de di(metoximetilo), carbonato de di(metoxietilo) (e isómeros del mismo), carbonato de di(cloroetilo) (e isómeros del mismo) y carbonato de di(cianoetilo) (e isómeros del mismo). De estos carbonatos de dialquilo, aquellos en los que R¹ contiene un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono se utilizan preferentemente en la presente invención. R¹ es más preferentemente un grupo n-butilo, un grupo isobutilo y un grupo alquilo que tiene 5 ó 6 átomos de carbono, y es preferente el carbonato de dialquilo que contiene un grupo alquilo recto o ramificado en el que el átomo de carbono en la posición α del oxígeno es un carbono secundario (-CH₂-).
20 Particularmente preferentes son carbonato de dibutilo y carbonato de bis(2-etilbutilo).

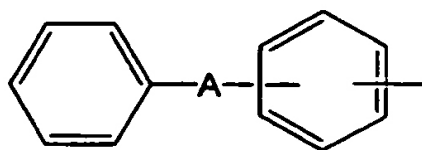
El carbonato de alquilarilo utilizado como material de partida en la presente invención está representado por la fórmula (2):



(2)

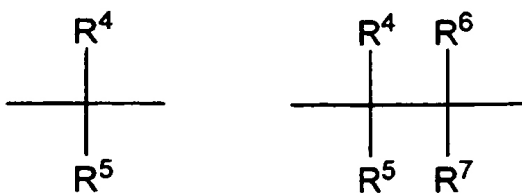
en la que R² puede ser el mismo que R¹ o diferente al mismo y representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un grupo alicíclico que tiene de 3 a 10 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 6 a 10 átomos de carbono, y Ar² representa un grupo aromático que tiene de 5 a 30 átomos de carbono.

30 Son ejemplos de dicho R² los grupos R¹ mencionados anteriormente. Ejemplos de Ar² incluyen fenilo, toliilo (e isómeros del mismo), xililo (e isómeros del mismo), grupos alquilfenilos tales como trimetilfenilo (e isómeros del mismo), tetrametilfenilo (e isómeros del mismo), etilfenilo (e isómeros del mismo), propilfenilo (e isómeros del mismo), butilfenilo (e isómeros del mismo), dietilfenilo (e isómeros del mismo), metiletilfenilo (e isómeros del mismo), pentilfenilo (e isómeros del mismo), hexilfenilo (e isómeros del mismo) y ciclohexilfenilo (e isómeros del mismo); grupos alcoxilfenilo tales como metoxifenilo (e isómeros del mismo), etoxifenilo (e isómeros del mismo) y butoxifenilo (e isómeros del mismo); grupos fenilo halogenados tales como fluorofenilo (e isómeros del mismo), clorofenilo (e isómeros del mismo), bromofenilo (e isómeros del mismo), cloro(metil)fenilo (e isómeros del mismo) y diclorofenilo (e isómeros del mismo); grupos fenilo sustituidos representados por la siguiente fórmula (7):
40



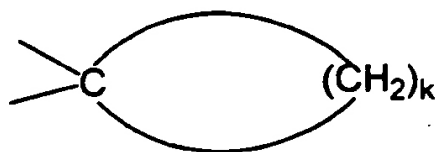
(7)

- 5 (en la que A representa un enlace, un grupo bivalente tal como -O-, -S-, -CO- o -SO₂-, un grupo alquileno o un grupo alquileno sustituido representado por la siguiente fórmula (8) o un grupo cicloalquileno representado por la siguiente fórmula (9), y un anillo aromático puede estar sustituido por un grupo alquilo inferior, un grupo alcoxi inferior, un grupo éster, un grupo hidroxilo, un grupo nitro, un halógeno o un grupo ciano),



(8)

- 10 en la que R⁴, R⁵, R⁶ y R⁷ son cada uno de forma independiente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo inferior, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, que puede estar opcionalmente sustituido por un átomo de halógeno o un grupo alcoxi, y



(9)

- 15 (en la que k es un número entero de 3 a 11 y un átomo de hidrógeno puede estar sustituido por un grupo alquilo inferior, un grupo arilo o un átomo de halógeno);

- 20 naftilo (e isómeros del mismo), grupos naftilo sustituidos, tales como metilnaftilo (e isómeros del mismo), dimetilnaftilo (e isómeros del mismo), cloronaftilo (e isómeros del mismo), metoxinaftilo (e isómeros del mismo) y cianonaftilo (e isómeros del mismo); grupos heteroaromáticos sustituidos o no sustituidos, tales como piridina (e isómeros de la misma), cumarilo (e isómeros del mismo), quinolilo (e isómeros del mismo), metilpiridilo (e isómeros del mismo), cloropiridilo (e isómeros del mismo), metilcumarilo (e isómeros del mismo) y metilquinolilo (e isómeros del mismo).

- 25 Se incluyen entre los ejemplos de carbonatos de alquilarilo que contienen dicho R² y Ar², carbonato de metil fenilo, carbonato de etil fenilo, carbonato de propil fenilo (e isómeros del mismo), carbonato de alil fenilo, carbonato de butil fenilo (e isómeros del mismo), carbonato de pentil fenilo (e isómeros del mismo), carbonato de hexil fenilo (e isómeros del mismo), carbonato de heptil fenilo (e isómeros del mismo), carbonato de octil tolilo (e isómeros del mismo), carbonato de nonil (etilfenilo) (e isómeros del mismo), carbonato de decil (butilfenilo) (e isómeros del mismo), carbonato de metil tolilo (e isómeros del mismo), carbonato etil tolilo (e isómeros del mismo), carbonato de propil tolilo (e isómeros del mismo), carbonato de butil tolilo (e isómeros del mismo), carbonato de alil tolilo (e isómeros del mismo), carbonato de metil xililo (e isómeros del mismo), carbonato de metil (trimetilfenilo) (e isómeros del mismo), carbonato de metil (clorofenilo) (e isómeros del mismo), carbonato de metil (nitrofenilo) (e isómeros del mismo), carbonato de metil (metoxifenilo) (e isómeros del mismo), carbonato de metil cumilo (e isómeros del mismo), carbonato de metil (naftilo) (e isómeros del mismo), carbonato de metil (piridilo) (e isómeros del mismo), carbonato de etil cumilo (e isómeros del mismo), carbonato de metil (benzoil fenilo) (e isómeros del mismo), carbonato de etil xililo (e isómeros del mismo) y carbonato de bencil xililo.

De estos carbonatos de alquilarilo, se utilizan más preferentemente aquellos en los que R² es un grupo alquilo que

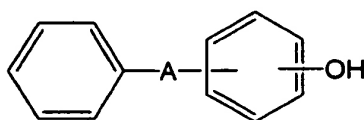
tiene de 1 a 6 átomos de carbono, y más preferentemente R^1 es n-butilo, isobutilo o un grupo alquilo que tiene de 5 a 6 átomos de carbono y Ar^2 es un grupo aromático que tiene 6 a 10 átomos de carbono. Particularmente preferentes son carbonato de butil fenilo y carbonato de (2-etilbutil) fenilo. El material de partida utilizado en la presente invención se selecciona del grupo que comprende un carbonato de dialquilo representado por la fórmula (1) mencionada anteriormente, un carbonato de alquilarilo representado por la fórmula (2) y una mezcla de los mismos.

El compuesto monohidroxi aromático utilizado como reactivo en la presente invención está representado por la siguiente fórmula (3), y se puede utilizar cualquier compuesto siempre que un grupo hidroxilo esté unido directamente al grupo aromático.



En la fórmula, Ar^1 puede ser el mismo o diferente que Ar^2 y representa un grupo aromático que tiene de 5 a 30 átomos de carbono. Ejemplos de dicho Ar^1 son los enumerados anteriormente para Ar^2 .

Se incluyen entre los ejemplos de compuestos monohidroxi aromáticos que tienen dicho Ar^1 fenol, alquilfenoles tales como cresol (e isómeros del mismo), xilenol (e isómeros del mismo), trimetilfenol (e isómeros del mismo), tetrametilfenol (e isómeros del mismo), etilfenol (e isómeros del mismo), propilfenol (e isómeros del mismo), butilfenol (e isómeros del mismo), dietilfenol (e isómeros del mismo), metiletilfenol (e isómeros del mismo), metilpropilfenol (e isómeros del mismo), dipropilfenol (e isómeros del mismo), metilbutilfenol (e isómeros del mismo), pentilfenol (e isómeros del mismo), hexilfenol (e isómeros del mismo) y ciclohexilfenol (e isómeros del mismo); alcoxilfenoles tales como metoxifenol (e isómeros del mismo) y etoxifenol (e isómeros del mismo); fenoles sustituidos representados por la fórmula (10):

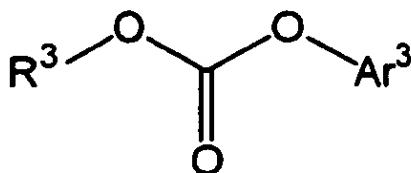


(10)

(en la que A es un grupo tal como se definió anteriormente);

naftol (e isómeros del mismo) y naftoles sustituidos, y compuestos monohidroxi heteroaromáticos tales como hidroxipiridina (e isómeros del mismo), hidroxicumarina (e isómeros del mismo) y hidroxiquinolina (e isómeros de la misma). De estos compuestos monohidroxi aromáticos, son preferentes en la presente invención compuestos monohidroxi aromáticos en los que Ar^1 es un grupo aromático que tiene 6 a 10 átomos de carbono, y es particularmente preferente fenol.

El carbonato de alquilarilo utilizado como reactivo en la presente invención está representado por la siguiente fórmula (4).



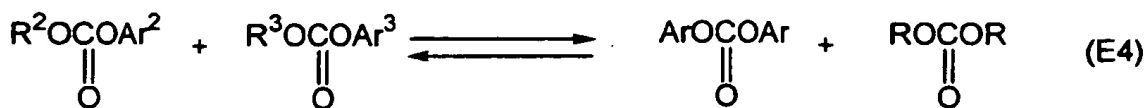
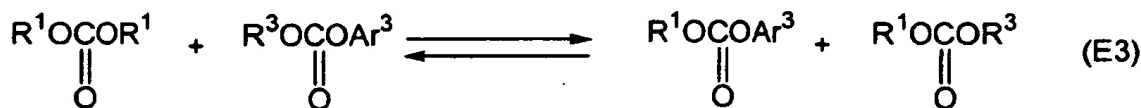
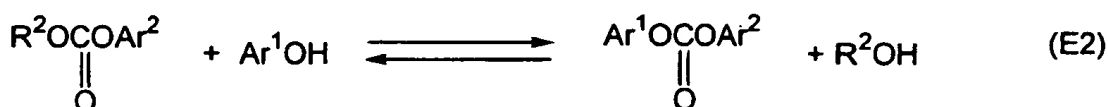
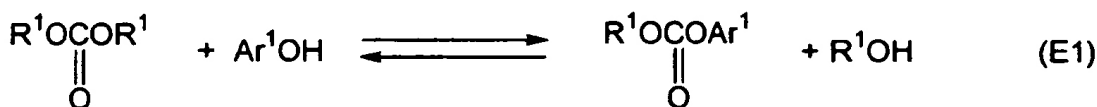
(4)

En la fórmula, R^3 puede ser el mismo o diferente de R^1 y R^2 , y representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un grupo alicíclico que tiene de 3 a 10 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 6 a 10 átomos de carbono, y Ar^3 puede ser el mismo o diferente de Ar^1 y Ar^2 , y representa un grupo aromático que tiene de 5 a 30 átomos de carbono. Ejemplos de dicho R^3 son los grupos mencionados anteriormente como R^1 , y ejemplos de Ar^3 son los mencionados anteriormente como Ar^2 .

Son ejemplos de carbonatos de alquilarilo que contienen dicho R^3 y Ar^3 los mencionados anteriormente para la fórmula (2). De estos carbonatos de alquilarilo, se utilizan preferentemente aquellos cuyo R^3 tiene un grupo alquilo

que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y Ar^3 es un grupo aromático que tiene de 6 a 10 átomos de carbono. R^3 es más preferentemente un grupo n-butilo, un grupo isobutilo o un grupo alquilo recto o ramificado que tiene de 5 a 6 átomos de carbono en el que el átomo de carbono en la posición α del oxígeno es un carbono secundario ($-\text{CH}_2-$). Particularmente preferentes son carbonato de butil fenilo y carbonato de (2-etilbutil) fenilo.

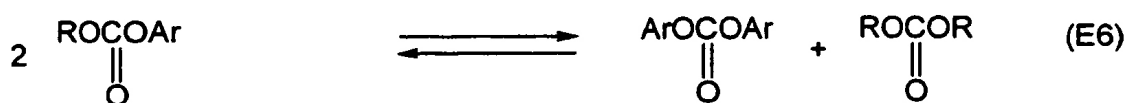
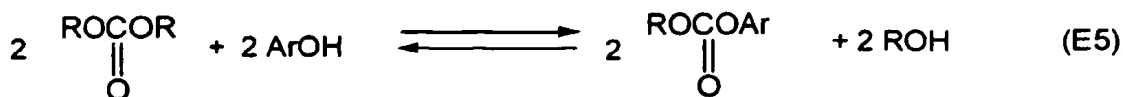
5 El reactivo de la presente invención se selecciona del grupo que comprende un compuesto monohidroxi aromático representado por la fórmula (3), un carbonato de alquilarilo representado por la fórmula (4) y una mezcla de los mismos. El procedimiento de la presente invención para la preparación de un carbonato aromático o una mezcla de carbonatos aromáticos, que comprende hacer reaccionar un material de partida y un reactivo en presencia de un catalizador que contiene metal, habitualmente implica las reacciones de las fórmulas (E1), (E2), (E3) y (E4).



15 (En las fórmulas, R^1 , R^2 , R^3 , Ar^1 , Ar^2 y Ar^3 son tal como se definieron anteriormente; en la fórmula de reacción (E4), Ar representa de forma independiente Ar^2 o Ar^3 y R representa de forma independiente R^2 o R^3 ; cuando $\text{R}^2 = \text{R}^3$ y $\text{Ar}^2 = \text{Ar}^3$ en la fórmula de reacción (E4), la reacción es una transesterificación entre el mismo tipo de moléculas, que también puede denominarse generalmente como una reacción de desproporción.)

20 Cuando se llevan a cabo las reacciones de las fórmulas (E1), (E2), (E3) y (E4) según el procedimiento de la presente invención, se pueden utilizar como materiales de partida uno o, como mínimo, dos carbonatos de dialquilo y carbonatos de alquilarilo. Además, se pueden utilizar como reactivos uno o, como mínimo, dos compuestos monohidroxi aromáticos y carbonatos de alquilarilo.

25 Un caso en el que $\text{R}^2 = \text{R}^3 = \text{R}$ y $\text{Ar}^2 = \text{Ar}^3 = \text{Ar}$ en la transesterificación representada por la fórmula de reacción (E4) es preferente debido a que el carbonato de diarilo y el carbonato de dialquilo son obtenidos mediante una transesterificación de la misma clase de moléculas que un carbonato de alquilarilo. Además, cuando $\text{R}^1 = \text{R}^2 = \text{R}^3 = \text{R}$ y $\text{Ar}^1 = \text{Ar}^2 = \text{Ar}^3 = \text{Ar}$ en las fórmulas de reacción (E1) y (E4), se obtiene carbonato de diarilo a partir de carbonato de dialquilo y un compuesto monohidroxi aromático a través de carbonato de alquilarilo tal como se describe en las siguientes fórmulas de reacción (E5) y (E6) mediante la combinación de la reacción representada por la fórmula de reacción (E1) y la reacción representada por la fórmula de reacción (E4), y ésta es una realización particularmente preferente de la presente invención.



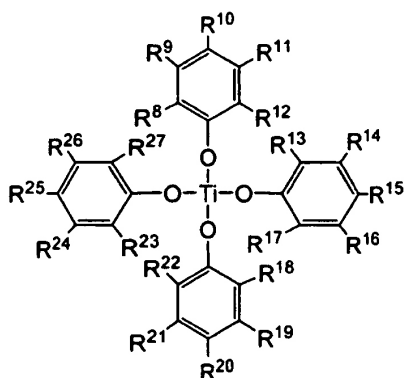
35 Cuando carbonato de dialquilo producido como subproducto en la reacción representada por la fórmula de reacción (E6) se reutiliza como materia prima de la reacción representada por la fórmula de reacción (E5), se producen 1 mol de carbonato de diarilo y 2 moles de alcohol alifático a partir de 1 mol de carbonato de dialquilo y 2 moles de un

compuesto monohidroxi aromático. En la fórmula de reacción mencionada anteriormente (E5), cuando R se selecciona entre n-butilo, iso-butilo y un grupo alquilo que tiene de 5 a 6 átomos de carbono y Ar = C₆H₅, el alcohol subproducto tiene el punto de ebullición más bajo en el sistema de reacción y no forma azeótropo con el carbonato de dialquilo, que es un reactivo. Este caso es particularmente ventajoso debido a que la reacción transcurre de manera eficaz y se prepara fácilmente carbonato de difenilo, que es una importante materia prima de policarbonato e isocianato.

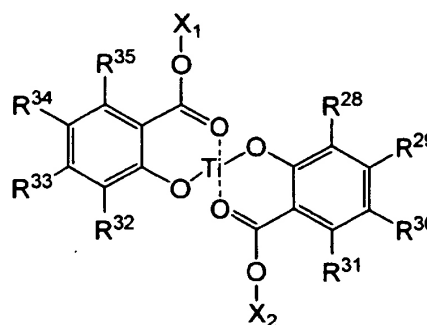
El catalizador que contiene metal utilizado en la presente invención se refiere a un catalizador que contiene un metal específico que facilita las reacciones mencionadas anteriormente de las fórmulas de reacción (E1) a (E4), tiene un peso molecular de 450 o más, más preferentemente un peso molecular de 480 o más, y está en forma de líquido (en las condiciones de reacción descritas anteriormente) o disuelto en la fase líquida del sistema de reacción. El catalizador que contiene metal es preferentemente un compuesto que contiene titanio. Ejemplos preferentes de compuestos que contienen titanio en forma de líquido en las condiciones de reacción descritas anteriormente o disueltos en la fase líquida del sistema de reacción incluyen una composición de organopolititanoxano tales como poliortotitanato y ortotitanato condensado. Es preferente que el polititanoxano orgánico tenga, como mínimo, un grupo alcoxi y/o un grupo ariloxi como grupo orgánico.

Cuando el catalizador que contiene metal es un catalizador que contiene metal que contiene titanio y/o un catalizador que contiene un metal que tiene una presión de vapor a 230 °C de 10 Pa o inferior y que contiene titanio, el catalizador contiene preferentemente, como mínimo, dos átomos de Ti en una molécula, más preferentemente de 2 a 6 átomos de Ti en una molécula. Cuando el catalizador que contiene metal contiene 2 o más átomos de Ti en una molécula, el compuesto contiene, como mínimo, un enlace Ti-O-Ti en una molécula. Cuando el catalizador que contiene metal contiene Sn, contiene, como mínimo, 3 átomos de Sn.

Se incluyen entre los ejemplos de dichos compuestos catalizadores que contienen metales representados por las siguientes fórmulas (11), (12) y (13), oligómeros de titanatos que contienen, como mínimo, una estructura de titanoxano (enlace Ti-O-Ti) (por ejemplo, compuestos de titanio representado por la siguiente fórmula (14)) en una molécula y compuestos de estaño representados por la siguiente fórmula (15). Puesto que los catalizadores que contienen metal descritos anteriormente se asocian fácilmente, éstos pueden estar en forma de un monómero, en una forma asociada, o un aducto o una forma asociada con alcohol o un compuesto hidroxilo aromático. Estos componentes catalíticos pueden ser un producto de una reacción con un compuesto orgánico presente en el sistema de reacción, por ejemplo, alcoholes alifáticos, compuestos monohidroxi aromáticos, carbonatos de alquilarilo, carbonatos de diarilo o carbonatos de dialquilo, o se pueden calentar en forma de una materia prima o un producto antes de la reacción. El compuesto de titanio representado por la fórmula (11) y/o la fórmula (14) (por ejemplo, cuando R⁴⁴ a R⁶¹ en la fórmula (14) son grupos aromáticos (por ejemplo, grupo fenilo)) tiende a formar un aducto en particular con un compuesto hidroxilo aromático. La estructura del aducto es desconocida por los procedimientos analíticos actuales, pero la estructura representada por la siguiente fórmula tiene un peso molecular de 450 o más, más preferentemente un peso molecular de 480 o más, excluyendo el peso molecular de las moléculas que participan en la formación de un aducto. Dichas moléculas que participan en la formación de un aducto se pueden identificar mediante un procedimiento tal como RMN, o el compuesto hidroxilo aromático que participa en la formación de un aducto se puede eliminar un procedimiento conocido (por ejemplo, recristalización utilizando el disolvente descrito en J. Indian. Chem. Soc., Vol. 38, No. 3, 147-152 (1961)).



(11)

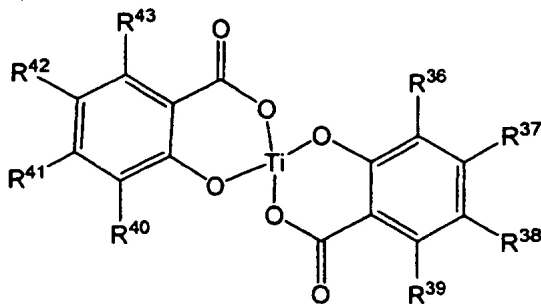


(12)

En la fórmula (11), R⁸, R⁹, R¹⁰, R¹¹, R¹², R¹³, R¹⁴, R¹⁵, R¹⁶, R¹⁷, R¹⁸, R¹⁹, R²⁰, R²¹, R²², R²³, R²⁴, R²⁵, R²⁶ y R²⁷ representan independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo, un grupo aralquilo o un grupo arilo, X₁ y X₂ representan un grupo alquilo, un grupo aralquilo o un grupo arilo, R⁸, R⁹, R¹⁰, R¹¹, R¹², R¹³, R¹⁴, R¹⁵, R¹⁶, R¹⁷, R¹⁸, R¹⁹, R²⁰, R²¹, R²², R²³, R²⁴, R²⁵, R²⁶ y R²⁷ no son simultáneamente un átomo de hidrógeno, y, como mínimo, cuatro

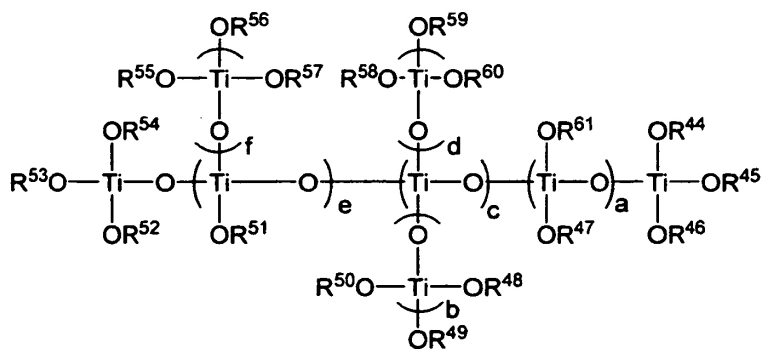
de ellos son un grupo alquilo, un grupo aralquilo o un grupo arilo, R^{28} , R^{29} , R^{30} , R^{31} , R^{32} , R^{33} , R^{34} y R^{35} pueden estar unidos covalentemente en el intervalo que el peso molecular es de 450 o más, y más preferentemente 480 o más)

5 (En la fórmula (12), R^{28} , R^{29} , R^{30} , R^{31} , R^{32} , R^{33} , R^{34} y R^{35} representan independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo, un grupo aralquilo o un grupo arilo; X_1 y X_2 representan un grupo alquilo, un grupo aralquilo y un grupo arilo; como mínimo dos de R^{28} , R^{29} , R^{30} , R^{31} , R^{32} , R^{33} , R^{34} , R^{35} , X_1 y X_2 son un grupo aralquilo o un grupo arilo.)



(13)

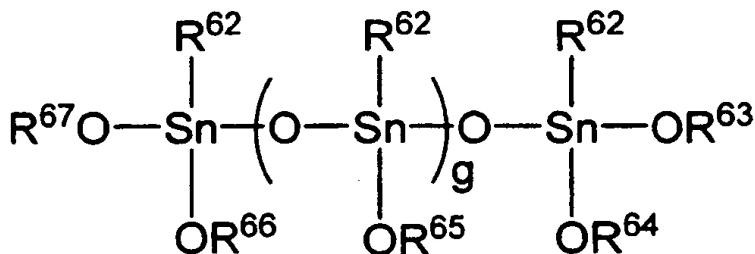
10 (En la fórmula (13), R^{36} , R^{37} , R^{38} , R^{39} , R^{40} , R^{41} , R^{42} y R^{43} representan independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo, un grupo aralquilo o un grupo arilo, como mínimo dos de ellos son un grupo aralquilo o un grupo arilo, y estos R^{36} a R^{43} pueden estar unidos entre sí.)



(14)

15 (En la fórmula (14), R^{44} , R^{45} , R^{46} , R^{47} , R^{48} , R^{49} , R^{50} , R^{51} , R^{52} , R^{53} , R^{54} , R^{55} , R^{56} , R^{57} , R^{58} , R^{59} , R^{60} y R^{61} representan independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo, un grupo aralquilo, un grupo arilo o un grupo acilo, a, b, c, d, e y f representan independientemente un número entero de 0 a 4, y R^{44} , R^{45} , R^{46} , R^{47} , R^{48} , R^{49} , R^{50} , R^{51} , R^{52} , R^{53} , R^{54} , R^{55} , R^{56} , R^{57} , R^{58} , R^{59} , R^{60} y R^{61} en la fórmula (14) pueden estar unidos covalentemente entre sí).

20



(15)

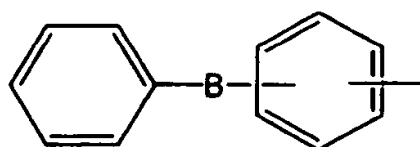
25 (En la fórmula (15), R^{62} es un grupo alquilo, un grupo aralquilo o un grupo arilo que tiene 4 o más átomos de carbono, R^{63} , R^{64} , R^{65} , R^{66} y R^{67} representan independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo, un grupo aralquilo, un grupo arilo o un grupo acilo, g representa un número entero de 1 o más, y R^{63} , R^{64} , R^{65} , R^{66} y R^{67} en la

fórmula (15) pueden estar unidos covalentemente entre sí.)

Se incluyen entre los ejemplos de grupos alquilo representados por R^8 a R^{61} grupos alquilo rectos o cíclicos que tienen de 1 a 10 átomos de carbono, tales como un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo (e isómeros del mismo), un grupo butilo (e isómeros del mismo), un grupo pentilo (e isómeros del mismo), un grupo hexilo (e isómeros del mismo), un grupo heptilo (e isómeros del mismo), un grupo octilo (e isómeros del mismo), un grupo nonilo (e isómeros del mismo), un grupo decilo (e isómeros del mismo), un grupo ciclobutilo, un grupo ciclopentilo (e isómeros del mismo) y un grupo ciclohexilo (e isómeros del mismo). Aquellos que contienen un enlace éter son también útiles, y ejemplos de los mismos incluyen un grupo metoxietilo (e isómeros del mismo), un grupo etoxietilo (e isómeros del mismo), un grupo metoxipropilo (e isómeros del mismo), un grupo etoxipropilo (e isómeros del mismo), un grupo metoxibutilo (e isómeros del mismo) y un grupo etoxibutilo (e isómeros del mismo).

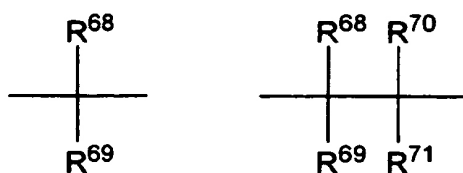
Se incluyen entre los ejemplos de grupos aralquilo representados por R^8 a R^{61} grupos aralquilo que tienen de 7 a 12 átomos de carbono que puede tener un sustituyente, tal como un grupo bencilo y un grupo feniletilo.

Se incluyen entre los ejemplos de grupos arilo representados por R^8 a R^{61} grupos fenilo o alquilfenilo, tales como fenilo, tolilo (e isómeros del mismo), xililo (e isómeros del mismo), trimetilfenilo (e isómeros del mismo), tetrametilfenilo (e isómeros del mismo), etilfenilo (e isómeros del mismo), propilfenilo (e isómeros del mismo), butilfenilo (e isómeros del mismo), dietilfenilo (e isómeros del mismo), metiletilfenilo (e isómeros del mismo), pentilfenilo (e isómeros del mismo), hexilfenilo (e isómeros del mismo) y ciclohexilfenilo (e isómeros del mismo); grupos alcóxifenilo tales como metoxifenilo (e isómeros del mismo), etoxifenilo (e isómeros del mismo) y butoxifenilo (e isómeros del mismo); grupos fenilo halogenados tales como fluorofenilo (e isómeros del mismo), clorofenilo (e isómeros del mismo), bromofenilo (e isómeros del mismo), cloro(metil)fenilo (e isómeros del mismo) y diclorofenilo (e isómeros del mismo); grupos fenilo sustituidos representados por la siguiente fórmula (16):



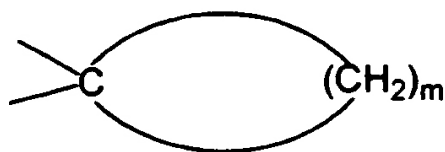
(16)

(en la que B representa un enlace, un grupo bivalente tal como -O-, -S-, -CO- y -SO₂-, un grupo alquileo o un grupo alquileo sustituido representado por la siguiente fórmula (17) o un grupo cicloalquileo representados por la siguiente fórmula (18), y un anillo aromático puede estar sustituido por un grupo alquilo inferior, un grupo alcoxi inferior, un grupo éster, un grupo hidroxilo, un grupo nitro, un halógeno o un grupo ciano),



(17)

(en la que R^{68} , R^{69} , R^{70} y R^{71} son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo inferior, un grupo cicloalquilo, un grupo arilo o un grupo aralquilo, que puede estar opcionalmente sustituido por un átomo de halógeno o un grupo alcoxi), y

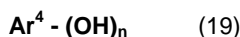


(18)

(en la que m es un número entero de 3 a 11 y un átomo de hidrógeno puede estar sustituido por un grupo alquilo inferior, un grupo arilo o un átomo de halógeno);

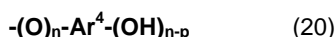
5 naftilo (e isómeros del mismo), grupos naftilo sustituidos, tales como metilnaftilo (e isómeros del mismo), dimetilnaftilo (e isómeros del mismo), cloronaftilo (e isómeros del mismo), metoxinaftilo (e isómeros del mismo) y cianonaftilo (e isómeros del mismo); grupos heteroaromáticos sustituidos o no sustituidos, tales como piridina (e isómeros del mismo), cumarilo (e isómeros del mismo), quinolilo (e isómeros del mismo), metilpiridilo (e isómeros del mismo), cloropiridilo (e isómeros del mismo), metilcumarilo (e isómeros del mismo) y metilquinolilo (e isómeros del mismo).

10 El grupo arilo representado por R⁸ a R⁶¹ también puede ser un grupo arilo sustituido por hidroxilo que está representado por la siguiente fórmula (19):



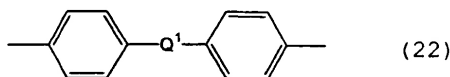
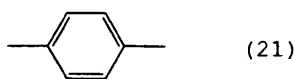
15 (en la que Ar⁴ representa un grupo aromático que tiene una valencia n, siendo n un número entero de 2 o más, y cada grupo OH puede estar unido a cualquier posición de Ar⁴).

20 El residuo del compuesto polihidroxi aromático está representado por la siguiente fórmula (20) y está unido químicamente, como mínimo, a un miembro seleccionado del grupo que comprende un catalizador que contiene metal, un grupo alcoxycarbonilo derivado de carbonato de dialquilo o carbonato de alquilarilo, un grupo ariloxycarbonilo derivado de carbonato de alquilarilo o carbonato de diarilo y un grupo carbonilo derivado de carbonato de dialquilo, carbonato de alquilarilo o carbonato de diarilo,

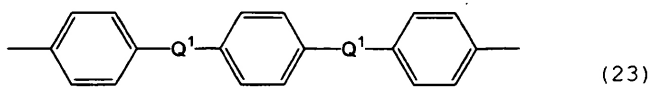


25 (en la que Ar⁴ y n son tal como se describió anteriormente, p es un número entero de 1 a m, y un grupo-OH y un grupo -O- pueden estar unido a cualquier posición del anillo aromático de Ar⁴).

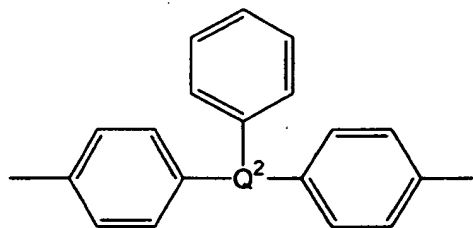
30 Se incluyen entre los ejemplos de Ar⁴ en la fórmula (19) y (20) grupos aromáticos representados por las siguientes fórmulas (21), (22), (23), (24) y (25):



35 (en la que Q¹ es un enlace simple, un grupo alquileo bivalente que tiene de 1 a 30 átomos de carbono o un grupo bivalente seleccionado entre -O-, -CO-, -S-, -SO₂-, -SO- y -COO-);



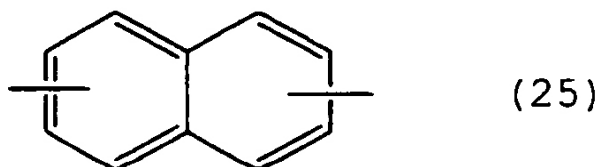
(en la que Q¹ es tal como se definió anteriormente y cada Q¹ pueden ser iguales o diferentes); y



(24)

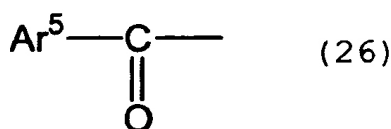
40 (en la que Q² representa un grupo trivalente tal como un grupo alcanotriilo trivalente que tiene de 1 a 30 átomos de carbono o un grupo aromático trivalente; como mínimo un átomo de hidrógeno en un anillo aromático puede estar sustituido por otro sustituyente tales como un átomo de halógeno, un grupo alcoxi que tiene de 1 a 30 átomos de

carbono, un grupo fenilo, un grupo fenoxi, un grupo vinilo, un grupo ciano, un grupo éster, un grupo amida o un grupo nitro).



5 Se incluyen entre los ejemplos de dichos grupos arilo sustituidos por hidroxifenilo (e isómeros del mismo), dihidroxifenilo (e isómeros del mismo), trihidroxifenilo (e isómeros del mismo), hidroxitolilo (e isómeros del mismo), hidroxililo (e isómeros del mismo), [1-(hidroxifenil)-1-metil-etil]-fenilo (e isómeros del mismo), [4-(hidroxibencil)]-fenilo (e isómeros del mismo), (hidroxifenoxi)-fenilo (e isómeros del mismo), hidroxibenzoil-fenilo (e isómeros del mismo), hidroxibifenilo (e isómeros del mismo), 2-(hidroxifenil)-hidroxipropil-fenilo, tri-(hidroxifenil)-fenilo (e isómeros del mismo), hidroxinaftilo (e isómeros del mismo) y trihidroxinaftilo (e isómeros del mismo).

15 Se incluyen entre los ejemplos de grupos acilo representados por la siguiente fórmula (26):



(en la que Ar^5 representa un grupo aromático).

20 Se incluyen entre los ejemplos de grupos aromáticos representados por Ar^5 grupos fenilo o alquilfenilo, tales como fenilo, tolilo (e isómeros del mismo), xililo (e isómeros del mismo), trimetilfenilo (e isómeros del mismo), tetrametilfenilo (e isómeros del mismo), etilfenilo (e isómeros del mismo), propilfenilo (e isómeros del mismo), butilfenilo (e isómeros del mismo), dietilfenilo (e isómeros del mismo), metiletilfenilo (e isómeros del mismo), pentilfenilo (e isómeros del mismo), hexilfenilo (e isómeros del mismo) y ciclohexil fenilo (e isómeros del mismo); grupos alcoxifenilo tales como metoxifenilo (e isómeros del mismo), etoxifenilo (e isómeros del mismo) y butoxifenilo (e isómeros del mismo); grupos fenilo halogenados tales como fluorofenilo (e isómeros del mismo), clorofenilo (e isómeros del mismo), bromofenilo (e isómeros del mismo), cloro(metil)fenilo (e isómeros del mismo) y diclorofenilo (e isómeros del mismo) y grupos fenilo sustituidos representados por las fórmulas (16), (19) y (20) mencionadas anteriormente.

30 Se incluyen entre los ejemplos de dichos grupos acilo un grupo benzoilo, un grupo ftaloilo, un grupo tereftaloilo y un grupo salicilo.

35 Son preferentes los mismos tipos de grupos tal como los seleccionados entre R^1 , R^2 , R^3 , Ar^1 , Ar^2 y Ar^3 del material de partida y/o el reactivo como los grupos de R^{44} - R^{61} , porque estos tipos de productos se pueden reducir. En el caso del compuesto representado por la fórmula (11), son R^8 - R^{27} cuando el peso molecular del compuesto es de 450 o más, y más preferentemente de 480 o más. En el caso del compuesto representado por la fórmula (14), los grupos R^{44} - R^{61} se seleccionan de manera que el peso molecular del compuesto es de 450 o más, y más preferentemente de 480 o más.

40 Se incluyen entre los ejemplos de grupos alquilo representados por R^{62} en la fórmula (15) un grupo alquilo lineal o cíclico que tiene de 4 a 10 átomos de carbono tales como un grupo butilo (e isómeros del mismo), un grupo pentilo (e isómeros del mismo), un grupo hexilo (e isómeros del mismo), un grupo heptilo (e isómeros del mismo), un grupo octilo (e isómeros del mismo), un grupo nonilo (e isómeros del mismo), un grupo decilo (e isómeros del mismo), un grupo ciclobutilo, un grupo ciclopentilo (e isómeros del mismo) y un grupo ciclohexilo (e isómeros del mismo). Aquellos que contienen un enlace éter son también útiles, y ejemplos de los mismos incluyen un grupo metoxietilo (e isómeros del mismo), un grupo etoxietilo (e isómeros del mismo), un grupo metoxipropilo (e isómeros del mismo), un grupo etoxipropilo (e isómeros del mismo), un grupo metoxibutilo (e isómeros del mismo) y un grupo etoxibutilo (e isómeros del mismo).

50 Se incluyen entre los ejemplos de grupos aralquilo representados por R^{62} grupos aralquilo que tienen de 7 a 12 átomos de carbono que pueden tener un sustituyente, tal como un grupo bencilo y un grupo feniletilo.

55 Se incluyen entre los ejemplos de grupos arilo representados por R^{62} grupos fenilo o alquilfenilo, tales como fenilo, tolilo (e isómeros del mismo), xililo (e isómeros del mismo), trimetilfenilo (e isómeros del mismo), tetrametilfenilo (e isómeros del mismo), etilfenilo (e isómeros del mismo), propilfenilo (e isómeros del mismo), butilfenilo (e isómeros del mismo),

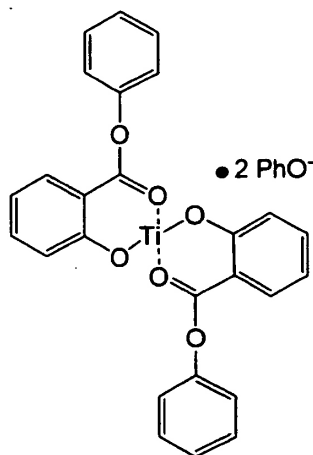
del mismo), dietilfenilo (e isómeros del mismo), metiletilfenilo (e isómeros del mismo), pentilfenilo (e isómeros del mismo), hexilfenilo (e isómeros del mismo) y ciclohexilfenilo (e isómeros del mismo); grupos alcoxifenilo tales como metoxifenilo (e isómeros del mismo), etoxifenilo (e isómeros del mismo) y butoxifenilo (e isómeros del mismo); grupos fenilo halogenados tales como fluorofenilo (e isómeros del mismo), clorofenilo (e isómeros del mismo), bromofenilo (e isómeros del mismo), cloro(metil)fenilo (e isómeros del mismo) y diclorofenilo (e isómeros del mismo).

Se incluyen entre los ejemplos de R^{63} a R^{67} en la fórmula (15) grupos alquilo, grupos aralquilo y los grupos arilo mencionados anteriormente como ejemplos de R^8 a R^{61} .

Son preferentes los mismos tipos de grupos que los seleccionados entre R^1 , R^2 , R^3 , Ar^1 , Ar^2 y Ar^3 del material de partida y/o el reactivo porque estos tipos de productos se pueden reducir.

Se incluyen entre los ejemplos de compuestos representados por la fórmula (11) metilfenóxido de titanio: $Ti(OPhMe)_4$ y dimetilfenóxido de titanio: $Ti(OPh(Me)_2)_4$.

El compuesto representado por la fórmula (12) tiene una valencia de Ti de 4, y el compuesto puede contener alcohol o alcohol aromático como un ligando en forma de alcoholato o fenolato. Ejemplos de compuestos de la fórmula (12) incluyen compuestos de la siguiente fórmula (27).



(27)

Se incluyen entre los ejemplos de compuestos representados por la fórmula (13) titanio-disalicilato, titanio-bis(2-metil salicilato) y de titanio-bis(3-metil salicilato).

De los compuestos que contienen titanio, se puede utilizar una composición de polititanoxano orgánico preparado mediante un procedimiento conocido. Dichos procedimientos conocidos incluyen un procedimiento en el que alcóxido de titanio es parcialmente hidrolizado y se somete a policondensación, a la vez que se elimina el alcohol (por ejemplo, Journal of Polymer Science, vol. VII, No. 6, 591-602). Ejemplos de dichas composiciones de polititanoxano incluyen también polititanoxano en escalera obtenido por el procedimiento descrito en el documento JP-A-1-129031 y titanoxano cíclico obtenido mediante el procedimiento descrito en los documentos JP-A-1-31793, JP-A-1-52786 y JP-A-64-52786.

Además, también se puede utilizar un copolímero con otro alcóxido de metal obtenido por el procedimiento descrito en el documento JP-B-5-31900. Se utiliza preferentemente polititanoxano o copolititanoxano que tiene 2 o más, preferentemente de 2 a 6, más preferentemente de 4 a 6 átomos de Ti en una molécula. Estos polititanoxanos y copolititanoxanos pueden contener, como mínimo, un enlace Ti-O-Ti en una molécula. Aunque el análisis de enlaces Ti-O-Ti es extremadamente difícil, los investigadores en este sector consideran actualmente que se forma un enlace Ti-O-Ti cuando el alcóxido de titanio descrito anteriormente está parcialmente hidrolizado y se somete a policondensación con eliminación de alcohol, y la presente invención también sigue este argumento. Específicamente, tal como se muestra en la siguiente fórmula (28), un enlace Ti-O-Ti se forma por hidrólisis parcial de (tetraalcóxido) de titanio mediante la adición de una molécula de agua por cada dos moléculas de (tetraalcóxido) de titanio y, a continuación, la eliminación de dos moléculas de alcohol.

Además, en el caso de una reacción de oligomerización, se puede obtener polititanoxano que tiene varios enlaces Ti-O-Ti en una molécula mediante la adición de agua en una cantidad adecuada para el grado de oligomerización y la eliminación del alcohol producido. Con el fin de obtener un compuesto de titanio que contiene de 2 a 6 átomos de Ti en una molécula, tetraalcoxítanio es parcialmente hidrolizado por el agua no más de 0,1 a 2 veces en moles en una relación molar con respecto a átomos de Ti, preferentemente por el agua no más de 0,3 a 1,5 veces en moles,

más preferentemente por el agua no más de 0,5 a 1,2 veces en moles, con el fin de evitar la generación de componentes sólidos provocados por la hidrólisis parcial excesiva, y a continuación, se puede obtener por policondensación, que elimina los componentes de bajo punto de ebullición. La cantidad de agua utilizada para la hidrólisis parcial descrita anteriormente se basa en la cantidad total de tetraalcoxítitanio utilizado para preparar una composición de polititanoxano orgánica. Toda el agua necesaria para la hidrólisis parcial puede utilizarse para la hidrólisis parcial de parte del tetraalcoxítitanio utilizado para la preparación, y a continuación se añade a la misma el resto del tetraalcoxítitanio para llevar a cabo una reacción. En este caso, se puede obtener una composición de polititanoxano orgánica que contiene muchas estructuras ramificadas. Los componentes sólidos generados durante la hidrólisis parcial se pueden eliminar por filtración. Haciendo referencia a la hidrólisis parcial, el tetraalcoxítitanio se disuelve en un disolvente de alcohol y la solución se enfría a 80 °C o inferior, preferentemente a 5 °C o inferior, a continuación, se añade a la misma gota a gota alcohol que contiene una cantidad deseada de agua durante de 1 a 5 horas con agitación, la temperatura de la solución se ajusta de 30 °C a 150 °C, y los componentes de bajo punto de ebullición se eliminan por destilación. La reacción se puede finalizar cuando ya no se extrae alcohol. Se puede utilizar un reactor conocido, y preferentemente es un recipiente de agitación en el que se pueden llevar a cabo refrigeración y calefacción. Por lo tanto, en el procedimiento de preparación de polititanoxano orgánico de la presente invención, el polititanoxano orgánico se puede obtener llevando a cabo de forma secuencial o simultáneamente las dos etapas de: 1) preparar un producto parcialmente hidrolizado mediante la hidrólisis parcial de tetraalcoxítitanio y 2) eliminar el componente de bajo punto de ebullición generado, incluyendo el alcohol, del producto parcialmente hidrolizado y someter el producto a policondensación.

De forma alterna, se puede obtener una composición de polititanoxano orgánico mediante la hidrólisis parcial de tetrahalotitanio (TiX_4 : X = Cl, Br), eliminando -HX de la misma y someter el producto resultante a una reacción de policondensación, o mediante la eliminación de -HX del hidróxido de titanio y tetrahalotitanio y someter el producto resultante a una reacción de policondensación. También es preferente una composición de polititanoxano orgánico obtenida llevando a cabo de forma secuencial o simultáneamente las tres etapas de: 1) preparar un producto parcialmente hidrolizado mediante la hidrólisis parcial de tetrahalotitanio, 2) eliminar un componente de bajo punto de ebullición del producto parcialmente hidrolizado y someter el producto a policondensación y 3) hacer reaccionar el producto resultante con alcohol, eliminar HX del mismo y alcoxilar el mismo.

También es posible desalcoholizar el hidróxido de titanio y tetraalcoxítitanio y someter el producto resultante a policondensación.

Otro procedimiento bien conocido para la preparación de una composición de titanoxano orgánico comprende someter el tetraalcoxítitanio a calentamiento, deseterificación y policondensación. Preferentemente, se utiliza una composición de polititanoxano orgánico obtenida después de la eliminación de 0,1 a 2 veces en moles, preferentemente de 0,3 a 1,5 veces en moles, más preferentemente de 0,5 a 1,2 veces en moles de éter sobre la base de átomos de titanio contenidos en el tetraalcoxítitanio a una temperatura de deseterificación de 100 °C a 300 °C, preferentemente de 150 °C a 250 °C durante de 1 a 300 horas.

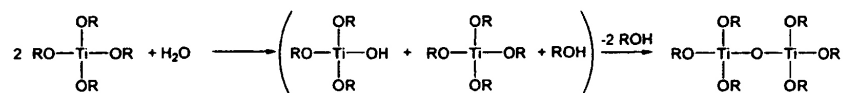
Estos polititanoxanos orgánicos conocidos, obtenidos mediante una reacción de policondensación, como mínimo, de un material de partida seleccionado entre tetraalcoxítitanio, tetrahalotitanio (TiX_4 : siendo seleccionado X entre Cl y Br) e hidróxido de titanio, se pueden utilizar en la presente invención.

El polititanoxano orgánico descrito anteriormente y el catalizador que contiene metal se pueden utilizar como tales, o después del intercambio de grupos orgánicos antes de su utilización. Por ejemplo, se pueden utilizar después del intercambio de los grupos alcoxi haciéndolos reaccionar con una composición que contiene, como mínimo, un componente seleccionado entre alcohol, un compuesto hidroxilo aromático y éster de ácido carbónico. En otras palabras, pueden ser utilizados después de mezclar o de reaccionar con un material de partida, un reactivo o un subproducto de una transesterificación o una reacción de desproporción en la presente invención.

Cuando se utiliza un titanato orgánico convencional, más específicamente cuando se utiliza carbonato de dimetilo como material de partida, se utiliza fenol como reactivo y titanato de fenilo [$Ph(OPh)_4$] (aducto de fenol también utilizable) se utiliza como titanato orgánico para preparar un carbonato aromático, específicamente, se pueden generar carbonato de metil fenilo, titanato de metilo [$Ti(OMe)_4$] en la columna de destilación en la reacción de equilibrio debido al intercambio de alcoxi. Puesto que el titanato de metilo es difícilmente soluble en la mezcla de reacción y se sublima, se puede adherir a la pared de la columna de destilación y causar la obstrucción. Sorprendentemente, sin embargo, se ha descubierto que la composición de polititanoxano orgánico (oligómero de titanato, etc.) que se utiliza en la presente invención casi no provoca dicha poca solubilidad o la adherencia a las paredes debido a la sublimación.

Si un enlace Ti-O-Ti está presente o no se puede confirmar simplemente mediante elemental del catalizador y RMN. Cuando se conoce la estructura de un grupo orgánico unido o coordinado a Ti, la cantidad de puentes de oxígeno derivados de Ti-O-Ti se puede determinar restando la cantidad de átomos de oxígeno derivados del grupo orgánico del valor del análisis elemental. El número de puentes de oxígeno que participan en los enlaces Ti-O-Ti y el número de los enlaces se pueden determinar a partir de la relación de la cantidad de átomos de Ti con respecto a la cantidad de puentes de oxígeno. Además, la valencia del Ti y el número de átomos de oxígeno que intervienen en Ti-O-Ti se

pueden determinar por análisis cristalográfico de rayos X conocido (por ejemplo, documento JP-A-2004-256719), suponiendo que está presente un enlace Ti-O cuando la distancia atómica entre Ti y O es menor que la suma (2,87 Å) de los radios iónicos del átomo de Ti y el átomo de oxígeno.



5

(28)

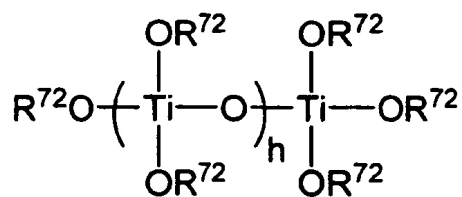
Además, dichos polititanoxanos o copolititanoxanos obtenidos mediante un procedimiento conocido puede estar sustituidos por alcoxi mediante la reacción con alcohol o un compuesto hidroxil aromático mediante un procedimiento conocido (por ejemplo, J. Inorg. Nucl. Chem., Vol. 28, 2410 (1966), J. Indian Chem. Soc., Vol. 38, No. 3, p147-152 (1961)). Estos componentes catalíticos pueden ser un producto de una reacción con un compuesto orgánico presente en el sistema de reacción, por ejemplo, alcoholes alifáticos, compuestos monohidroxil aromáticos, carbonatos de alquilarilo, carbonatos de diarilo o carbonatos de dialquilo o se pueden calentar antes de la reacción en forma de una materia prima o un producto, o los componentes de bajo punto de ebullición se pueden eliminar de los mismos tras el calentamiento. El catalizador puede ser un aducto o una forma asociada con alcohol o un compuesto hidroxil aromático presente en el sistema de reacción.

15

La estructura del polititanoxano obtenido mediante el procedimiento mencionado anteriormente se muestra en la fórmula (14) descrita anteriormente.

Se incluyen entre los ejemplos de dichos compuestos de titanio 1) polititanato lineal representado por la siguiente fórmula (29) y polititanato cíclico representado por la siguiente fórmula (30).

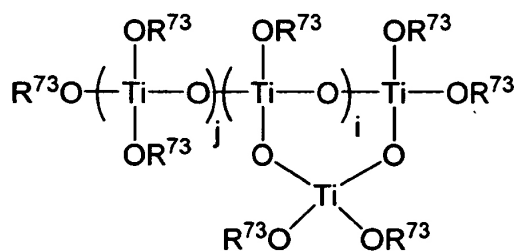
20



(29)

(en la fórmula (29), R^{72} representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un grupo aralquilo, arilo o acilo, R^{72} pueden ser iguales o diferentes entre sí o pueden estar unidos entre sí, y h es un número entero de 1 a 5).

25



(30)

(en la fórmula (30), R^{73} representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un grupo aralquilo, arilo o acilo, R^{73} pueden ser iguales o diferentes entre sí o pueden estar unidos entre sí, e i es un número entero de 1 a 4, j es un número entero de 0 a 4, e $i + j = 4$.)

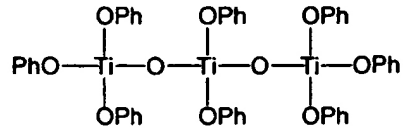
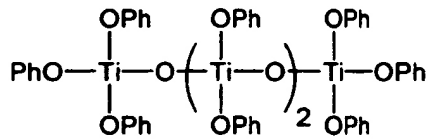
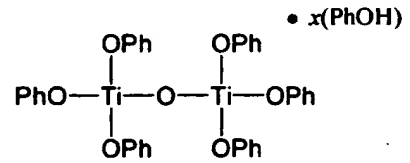
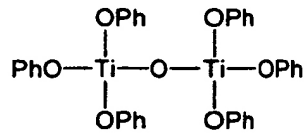
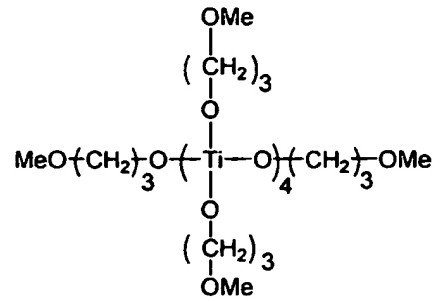
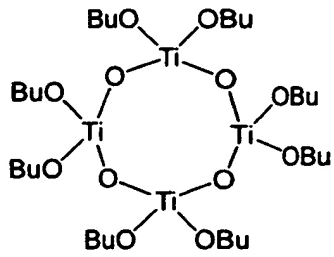
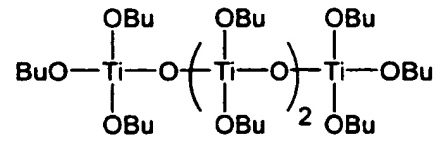
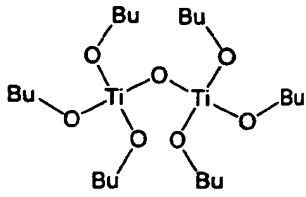
30

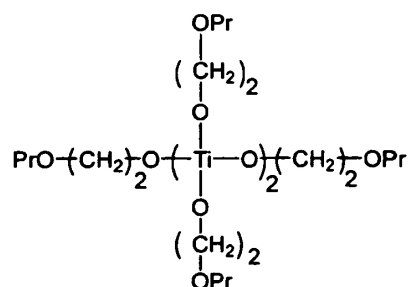
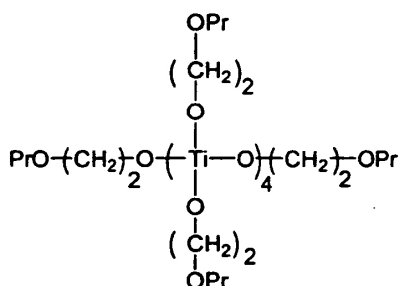
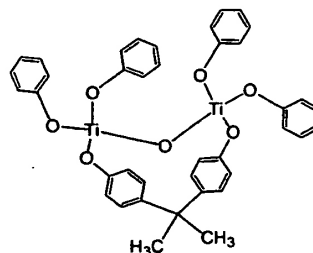
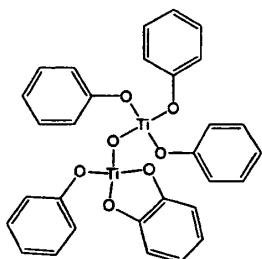
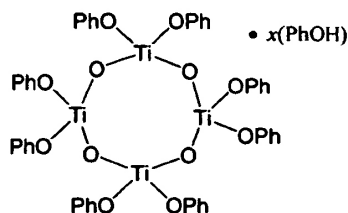
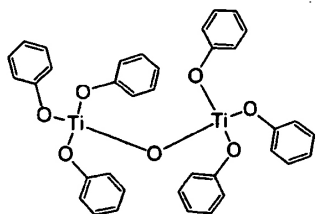
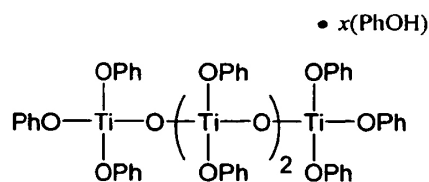
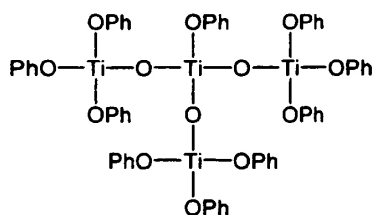
Cuando R^{72} en la fórmula (29) y R^{73} en la fórmula (30) tienen un número pequeño de átomos de carbono, el propio catalizador puede no estar en forma de líquido, o puede no estar en forma de líquido en el sistema de reacción, ya que tiene muy baja solubilidad en la fase líquida del sistema de reacción. Por lo tanto, ejemplos preferentes de R^{72} y R^{73} son un grupo alquilo que tiene de 3 a 10 átomos de carbono tales como un grupo propilo (e isómeros del mismo), un grupo butilo (e isómeros del mismo), un grupo pentilo (e isómeros del mismo), un grupo hexilo (e

35

isómeros del mismo), un grupo heptilo (e isómeros del mismo), un grupo octilo (e isómeros del mismo), un grupo nonilo (e isómeros del mismo), un grupo decilo (e isómeros del mismo), un grupo ciclobutilo, un grupo ciclopentilo (e isómeros del mismo) y un grupo ciclohexilo (e isómeros del mismo). Aquellos que contienen un enlace éter son también útiles, y ejemplos de los mismos incluyen grupos alquilo tales como un grupo metoxietilo (e isómeros del mismo), un grupo etoxietilo (e isómeros del mismo), un grupo metoxipropilo (e isómeros del mismo), un grupo etoxipropilo (e isómeros de los mismos), un grupo metoxibutilo (e isómeros del mismo) y un grupo etoxibutilo (e isómeros del mismo). Ejemplos preferentes de los mismos también incluyen grupos aralquilo que tienen de 7 a 12 átomos de carbono que pueden tener un sustituyente, tal como un grupo bencilo y un grupo feniletilo. Ejemplos preferentes de los mismos también incluyen grupos arilo, por ejemplo fenilo o grupos alquilfenilo tales como fenilo, tolilo (e isómeros del mismo), xililo (e isómeros del mismo), trimetilfenilo (e isómeros del mismo), tetrametilfenilo (e isómeros del mismo), etilfenilo (e isómeros del mismo), propilfenilo (e isómeros del mismo), butilfenilo (e isómeros del mismo), dietilfenilo (e isómeros del mismo), metiletilfenilo (e isómeros del mismo), pentilfenilo (e isómeros del mismo), hexilfenilo (e isómeros del mismo) y ciclohexilfenilo (e isómeros del mismo); grupos alcoxilfenilo tales como metoxifenilo (e isómeros del mismo), etoxifenilo (e isómeros del mismo) y butoxifenilo (e isómeros del mismo); grupos fenilo halogenados tales como fluorofenilo (e isómeros del mismo), clorofenilo (e isómeros del mismo), bromofenilo (e isómeros del mismo), cloro(metil)fenilo (e isómeros del mismo) y diclorofenilo (e isómeros del mismo).

Se incluyen entre los ejemplos de dichos compuestos compuestos cuya fórmula estructural es tal como se describe a continuación, por ejemplo, dímero de butoxi titanato, oligómeros de fenoxi titanato tales como dímero de fenoxi titanato, trímero de fenoxi titanato y tetrámero de fenoxi titanato (e isómeros del mismo), oligómeros de fenoxi salicil titanato tales como dímero de fenoxi-salicil-titanato y trímero de fenoxi-salicil-titanato, dímero de titanato (derivado de fenol y bisfenol A) y trímero de titanato (derivado de fenol y bisfenol A). En términos de su solubilidad, son preferentes compuestos que contienen de 2 a 6 átomos de Ti en una molécula. Los oligómeros de titanato tienen distribución del peso molecular, y pueden contener un componente que no satisface el peso molecular de 450 o más que se ha definido en la presente invención, o contienen un componente cuya presión de vapor a 230 °C es 10 Pa o mayor. Dichos oligómeros de titanato pueden utilizarse como tales, pero se pueden utilizar después de eliminar los componentes de bajo punto de ebullición o los componentes de bajo peso molecular por destilación.





Estos componentes catalíticos pueden ser un producto de una reacción con un compuesto orgánico presente en el sistema de reacción, por ejemplo, alcohol alifático, un compuesto monohidroxi aromático, carbonato de alquilarilo, carbonato de diario o carbonato de dialquilo o se puede calentar antes de la reacción en forma de materia prima o producto, o los componentes de bajo punto de ebullición se pueden retirar del mismo por calentamiento.

Se incluyen entre los ejemplos de compuestos representados por la fórmula (15) óxido de alcóxido de monoalquilestano (IV). Entre los científicos del sector de investigación de referencia, es de conocimiento común que generalmente no está presente el doble enlace Sn=O y habitualmente está presente el óxido de alcóxido monoalquilestano (IV) en forma de un oligómero de moléculas enlazadas. Ejemplos de dichos compuestos incluyen óxido de butilóxido de butilestano (IV), óxido de (2-etilbutilóxido) de butilestano (IV), óxido de (3-metoxipropilóxido) de butilestano (IV), óxido de (2-metoxietóxido) de butilestano (IV), óxido de (2-etoxietóxido) de butilestano (IV), óxido de fenóxido de butilestano (IV), óxido de butilóxido de octilestano (IV), óxido de (2-etilbutilóxido) de octilestano (IV), óxido de (3-metoxipropilóxido) de octilestano (IV), óxido de (2-metoxietóxido) de octilestano (IV), óxido de (2-etoxietóxido) de octilestano (IV) y óxido de fenóxido de octilestano (IV).

Los tipos de recipientes de reacción utilizados en la presente invención no están particularmente limitados, y se puede utilizar cualquier recipiente de reacción convencional, tales como un recipiente de agitación, un recipiente de agitación de múltiples etapas, una columna de destilación de múltiples etapas o una combinación de los mismos. Estos recipientes de reacción se pueden utilizar ya sea para una reacción por lotes o una reacción continua. Con el fin de desplazar eficazmente el equilibrio de la reacción en la dirección del sistema de los productos, es preferente

un proceso que utiliza una columna de destilación de múltiples etapas, y un proceso continuo que utiliza una columna de destilación de múltiples etapas. Las columnas de destilación de múltiples etapas tienen dos o más etapas teóricas de destilación, y se puede utilizar cualquier tipo siempre que sea capaz de llevar a cabo la destilación continua.

5 Como dicha columna de destilación de múltiples etapas, se puede utilizar cualquier columna de destilación de múltiples etapas utilizada generalmente, y ejemplos de las mismas incluyen columnas de tipo de platos que utilizan una bandeja tales como una bandeja de campana, una bandeja de tamiz, una bandeja de válvula o una bandeja de contraflujo, y columnas de tipo rellenas rellenas con cualquiera de los diversos rellenos tales como un anillo Raschig, un anillo Lessing, un anillo Pall, una silla de montar Berl, una silla de montar Interlox, un relleno Dixon, un relleno McMahan, un paquete Heli, un relleno Sulzer y Mellapak. Además, se puede utilizar también preferentemente una columna de platos-rellena combinada que tiene tanto una sección de columna de platos y una sección de columna rellena con rellenos. Cuando se aplica un proceso continuo utilizando una columna de destilación de etapas múltiples a la preparación de carbonatos aromáticos, los materiales de partida y reactivos se suministran a una columna de destilación continua de etapas múltiples y estos materiales se dejan reaccionar entre sí en presencia de un catalizador que contiene metal en una fase líquida o en una fase gas-líquido en la columna de destilación, mientras que al mismo tiempo se retira la mezcla de reacción de elevado punto de ebullición producida que contiene carbonato aromático o una mezcla de carbonato aromático en forma líquida de la parte inferior de la columna, mientras que se separa por destilación de forma continua la mezcla de reacción de bajo punto de ebullición producida, que contiene un subproducto en forma de gas de la parte superior de la columna de destilación mediante destilación.

El catalizador en la presente invención se utiliza en una proporción generalmente de 0,0001 a 30% en peso, preferentemente de 0,001 a 10% en peso, más preferentemente de 0,01 a 5% en peso basado en el peso total de las materias primas, aunque la proporción depende del tipo del catalizador utilizado, el tipo y la cantidad de las materias primas y las condiciones de reacción tales como la temperatura de reacción y la presión de reacción. El tiempo de reacción (tiempo de residencia en un proceso continuo) en la presente invención no está particularmente limitado, y normalmente es de 0,001 a 50 horas, preferentemente de 0,01 a 10 horas, más preferentemente de 0,05 a 5 horas.

La reacción se lleva a cabo a una temperatura de reacción, por lo general, de 50 a 350 °C, preferentemente de 100 a 280 °C, dependiendo del tipo de compuestos de las materias primas utilizadas. La reacción se lleva a cabo a presión reducida, presión atmosférica o presión aumentada, por lo general, de $0,1$ a $2,0 \times 10^7$ Pa dependiendo del tipo de los compuestos de las materias primas utilizadas y la temperatura de reacción. En la presente invención, no siempre es necesario utilizar un disolvente de reacción, pero se puede utilizar un disolvente inerte adecuado tales como éter, hidrocarburo alifático, hidrocarburo aromático o hidrocarburo aromático halogenado como disolvente de reacción con el fin de facilitar el proceso de reacción.

La presente invención tiene una característica de que el líquido que contiene los materiales de elevado punto de ebullición y un catalizador que contiene metal se retira del sistema de reacción y el carbonato aromático producido se transporta en forma de gas, y el líquido que contiene el catalizador que contiene metal es reciclado en el sistema.

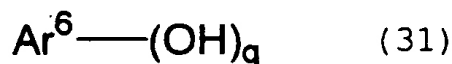
En este proceso, parte del líquido que contiene un catalizador que contiene metal puede ser retirado y se puede añadir un catalizador nuevo al líquido. Además, el líquido se puede hacer reaccionar con una sustancia activa para producir una mezcla de reacción de una sustancia derivada de un material de elevado punto de ebullición y una sustancia derivada de un catalizador que contiene metal, y la mezcla se separa en un componente compuesto principalmente por una sustancia derivada de un material de elevado punto de ebullición y un componente compuesto principalmente por una sustancia derivada de un catalizador que contiene metal, y la sustancia derivada de un catalizador que contiene metal se puede reciclar al sistema.

El término "sistema de reacción" se refiere al espacio interior del reactor, las conducciones y equipos que rodean el reactor, equipos y conducciones para el sistema de recuperación del catalizador. El "líquido que contiene un material de elevado punto de ebullición y un catalizador que contiene metal" en la presente invención se refiere a un líquido que contiene un catalizador y un material de elevado punto de ebullición suministrado al reactor, una mezcla de reacción que contiene un catalizador y un material de elevado punto de ebullición presente en el reactor, una mezcla de reacción que contiene un catalizador y un material de elevado punto de ebullición descargado del reactor y un líquido concentrado que tiene concentración aumentada de un catalizador y un material de elevado punto de ebullición por evaporación de parte de la mezcla de reacción. El catalizador puede estar completamente disuelto en el líquido o presente en forma de suspensión. En el caso de la suspensión, las partes no disueltas en la suspensión también se incluyen en el "líquido que contiene un material de elevado punto de ebullición y un catalizador que contiene metal".

El "material de elevado punto de ebullición" en la presente invención es una sustancia orgánica cuyo punto de ebullición es el mismo o mayor que el del carbonato aromático preparado en la presente invención. Ejemplos del mismo incluyen compuestos polihidroxi aromáticos y residuos de los mismos, compuestos carboxílicos aromáticos y residuos de los mismos y xantonas. Otro ejemplo de dicho material de elevado punto de ebullición es un

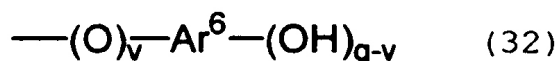
subproducto de alto peso molecular producido por una reacción adicional de los compuestos polihidroxi aromáticos descritos anteriormente y residuos de los mismos, compuestos carboxílicos aromáticos y residuos de los mismos y xantonas.

5 El compuesto polihidroxi aromático está representado por la siguiente fórmula (31):



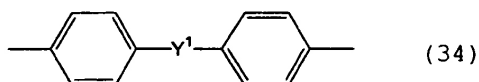
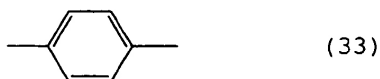
10 (en la que Ar^6 es un grupo aromático que tiene una valencia de q , q es un número entero de 2 o más, y cada grupo -OH puede estar unido a cualquier posición del grupo Ar^6).

15 El residuo del compuesto polihidroxi aromático está representado por la siguiente fórmula (32) y está unido químicamente, como mínimo, a un miembro seleccionado del grupo que comprende un catalizador que contiene metal, un grupo alcoxicarbonilo derivado del carbonato de dialquilo o carbonato de alquilarilo, un grupo ariloxicarbonilo derivado de carbonato de alquilarilo o carbonato de diarilo y un grupo carbonilo derivado del carbonato de dialquilo, carbonato de alquilarilo o carbonato de diarilo.

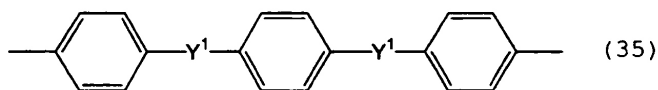


20 (en la que Ar^6 y Q son tal como se han definido anteriormente, v es un número entero de 1 a m , y un grupo OH y un grupo -O- pueden estar unido a cualquier posición del anillo aromático del grupo Ar^6).

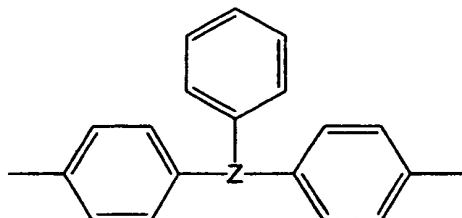
25 Se incluyen entre los ejemplos de Ar^6 en las fórmulas (23) y (24) grupos aromáticos representados por las siguientes fórmulas (33), (34), (35), (36) y (37):



30 (en las que Y^1 es un enlace simple, un grupo alqueno bivalente que tiene de 1 a 30 átomos de carbono o un grupo bivalente seleccionado entre -O- , -CO- , -S- , $\text{-SO}_2\text{-}$, -SO- y -COO-);



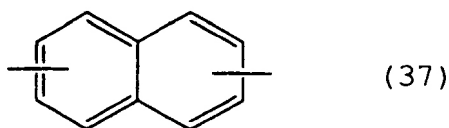
(en la que Y^1 es tal como se ha definido anteriormente y cada Y^1 puede ser el mismo o diferente); y



(36)

35 (en la que Z representa un grupo trivalente, tal como un grupo alcanotriilo trivalente que tiene de 1 a 30 átomos de carbono y un grupo aromático trivalente; como mínimo un átomo de hidrógeno en un anillo aromático puede estar sustituido por otro sustituyente tales como un átomo de halógeno, un grupo alcoxi que tiene 1 a 30 átomos de carbono, un grupo fenilo, un grupo fenoxi, un grupo vinilo, un grupo ciano, un grupo éster, un grupo amida o un grupo nitro).

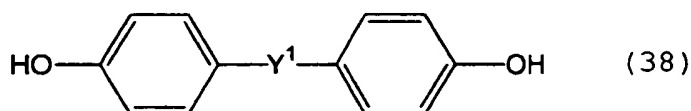
40



Se incluyen entre los ejemplos específicos de los compuestos polihidroxi aromáticos descritos anteriormente hidroquinona, resorcina, catecol, trihidroxibenceno (e isómeros del mismo), bis-(hidroxifenil)-propano (e isómeros del mismo), bis-(hidroxifenil)-metano (e isómeros del mismo), bis-(hidroxifenil)-éter (e isómeros del mismo), bis-(hidroxifenil)-cetona (e isómeros del mismo), bis-(hidroxifenil)-sulfona (e isómeros del mismo), bis-(hidroxifenil)-sulfuro (e isómeros del mismo), dihidroxi-difenilo (e isómeros del mismo), bis-(dihidroxi-fenil) metano (e isómeros del mismo), 2-(hidroxifenil)-hidroxipropil-fenol, dihidroxi-(hidroxifenildifenilo) (e isómeros del mismo), tri-(hidroxifenil) etano (e isómeros del mismo), tri-(hidroxifenil)-benceno (e isómeros del mismo), dihidroxinaftaleno (e isómeros del mismo) y trihidroxinaftaleno (e isómeros del mismo).

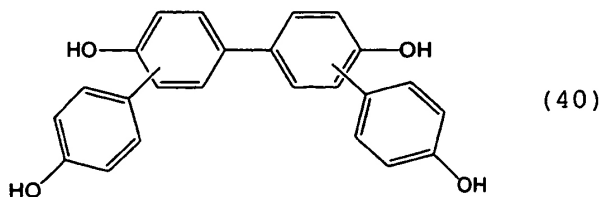
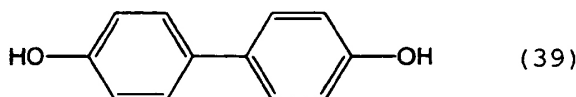
De estos compuestos polihidroxi aromáticos y residuos de los mismos, los compuestos que se encuentran a menudo en el proceso para preparar el carbonato aromático de la presente invención necesitan una atención cuidadosa. Ejemplos de compuestos polihidroxi aromáticos que se encuentran a menudo en el proceso de preparación incluyen los siguientes (A), (B) y (C).

(A) producto de oxidación del compuesto monohidroxi aromático que es un reactivo.
 (B) producto producido por transposición de Fries del carbonato de diarilo obtenido por la presente reacción y el producto de la oxidación de los mismos
 (C) compuesto dihidroxi aromático derivado de fenol que es un reactivo, representado por la siguiente fórmula (38) y el producto de la oxidación de los mismos:

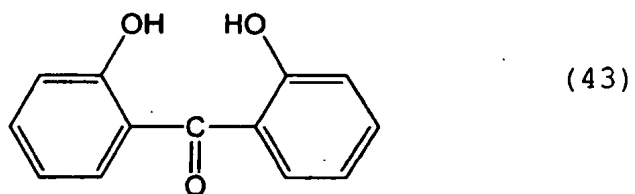
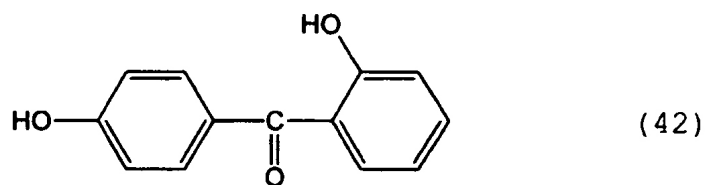
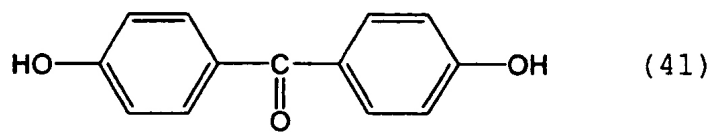


(en la que Y¹ es tal como se definió anteriormente).

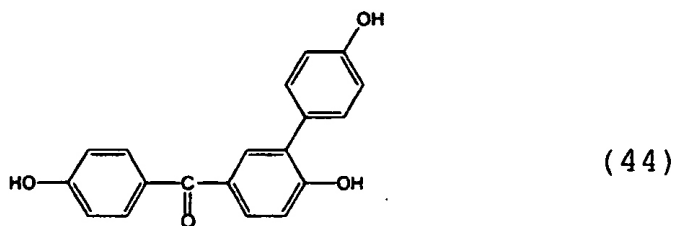
Se incluyen entre los ejemplos de los productos de oxidación (A) de un compuesto monohidroxi aromático compuestos representados por las siguientes fórmulas (39) y (40):

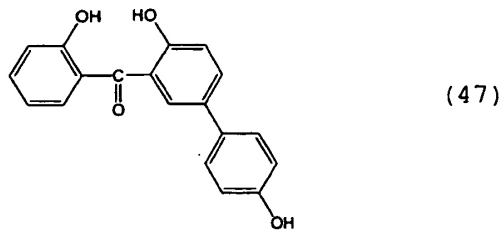
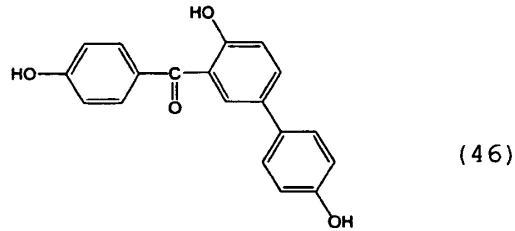
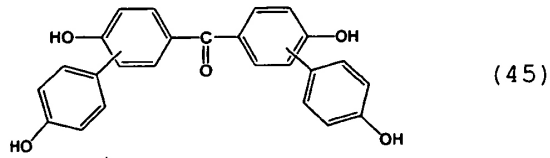


Se incluyen entre los ejemplos de productos (B) producidos por transposición de Fries del carbonato de diarilo los compuestos representados por las siguientes fórmulas (41), (42) y (43).



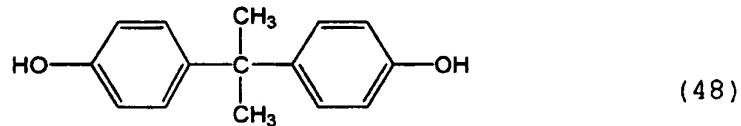
Se incluyen entre los ejemplos de los productos de oxidación del compuesto representado por la fórmula (41) los compuestos representados por las fórmulas (44) y (45). Ejemplos de los productos de oxidación de los compuestos representados por las fórmulas (42) y (43) incluyen los compuestos representados por las fórmulas (46) y (47).





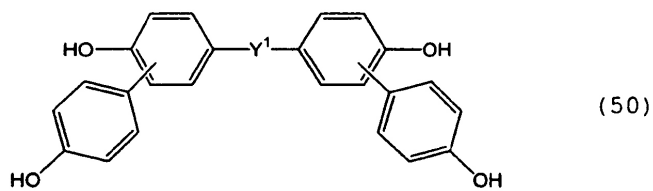
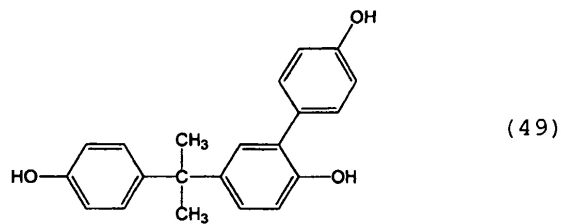
Se incluyen entre los ejemplos de compuestos dihidroxi aromáticos (C) representados por la fórmula (38) los compuestos representados por la fórmula (48)

5



Se incluyen entre los ejemplos de los productos de oxidación del compuesto representado por la fórmula (48) los compuestos representados por las fórmulas (49) y (50).

10



(en la que Y¹ es como se definió anteriormente).

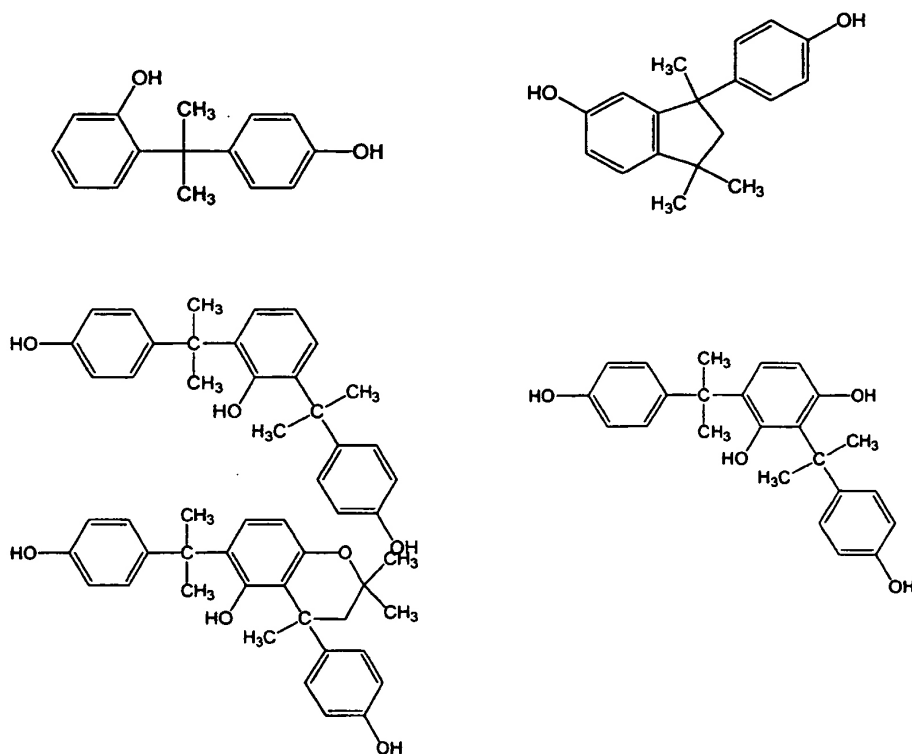
15 Un compuesto polihidroxi aromático de tipo (A) está presente en el proceso de preparación, ya que se produce por

oxidación de un compuesto monohidroxi aromático, debido a la mezcla de una cantidad de trazas de oxígeno en el sistema cuando se prepara el carbonato aromático, o porque se incorpora en el sistema de reacción como impurezas contenidas en la materia prima del compuesto monohidroxi aromático. Ejemplos típicos de compuesto polihidroxi aromático (A) incluyen dihidroxibenceno (e isómeros del mismo) y dihidroxidifenilo (e isómeros del mismo).

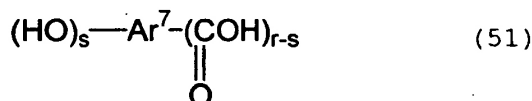
Un producto producido mediante transposición de Fries del carbonato de diarilo de tipo (B) tiende a ser producido por una reacción secundaria tras la preparación de carbonato de diarilo. Ejemplos de compuestos polihidroxicos (B) incluyen 2,2'-dihidroxibenzofenona, 2,4'-dihidroxibenzofenona y 4,4'-dihidroxibenzofenona.

Un compuesto dihidroxi aromático de tipo (C) es un compuesto utilizado generalmente como monómero para preparar policarbonato aromático. Se puede preparar policarbonato aromático mediante una transesterificación de dicho compuesto dihidroxi aromático y el carbonato de diarilo, y en la transesterificación, se produce un compuesto monohidroxi aromático como subproducto. El compuesto dihidroxi aromático de tipo (C) se mezcla fácilmente con el proceso de producción cuando se utiliza el compuesto monohidroxi aromático subproducto como reactivo en la presente invención. Ejemplos típicos de dichos compuestos polihidroxicos incluyen 2,2-bis-(4-hidroxifenil)-propano.

Los compuestos polihidroxi aromáticos en la presente invención también incluyen un compuesto polihidroxi aromático descrito a continuación, que generalmente coexiste con 2,2-bis-(4-hidroxifenil)-propano:



El compuesto carboxil aromático categorizado como material de elevado punto de ebullición en la presente invención está representado por la fórmula (51):



(en la que Ar^7 es un grupo aromático que tiene una valencia de r , r es un número entero de 1 o más, s es un número entero de 0 a $r-1$, y cada grupo $-OH$ y grupo $-(COOH)$ pueden estar unidos a cualquier posición del grupo Ar^7).

El residuo del compuesto carboxilo aromático está representado por la fórmula (52) y está químicamente unido, como mínimo, a un miembro seleccionado del grupo que comprende un catalizador que contiene metal, un grupo alcóxicarbonilo derivado del carbonato de dialquilo o carbonato de alquilarilo, un grupo arilóxicarbonilo derivado del carbonato de alquilarilo o carbonato de diarilo y un grupo carbonilo derivado del carbonato de dialquilo, carbonato de alquilarilo o carbonato de diarilo.

mismo), etoxicarboniloxibenzoato de etilo (isómeros del mismo), hidroxil-metoxicarboniloxi-benzoato de metilo (isómeros del mismo), hidroxil-metoxicarboniloxi-(metoxicarbonil)-difenoilo (isómeros del mismo), 2-[4-(metoxicarboniloxi)fenil]-2-(3'-metoxicarbonil-4'-hidroxifenil) propano, 2-(4-hidroxifenil)-2-[3'-metoxicarbonil-4'-(metoxicarboniloxi)fenil] propano o similares.

5 Entre estos compuestos carboxilo aromáticos y los residuos de los mismos, se debe prestar atención especial a aquellos que tienden a existir en el proceso de preparación de carbonatos aromáticos de la presente invención. Los compuestos carboxilo aromáticos que tienden a existir pueden incluir (D) y (E) que se describen a continuación.

10 (D) incluye los productos de transposición de Fries de carbonatos aromáticos que se obtienen mediante la transesterificación de la presente invención, y productos de la hidrólisis de los mismos. (E) incluye los productos de transposición de Fries de los productos de transesterificación de los compuestos hidroxilo aromáticos polivalentes y los productos de la hidrólisis de los mismos.

15 Tal como se describió anteriormente, en el procedimiento de preparación de carbonatos aromáticos de la presente invención, las reacciones para obtener carbonato de butil fenilo y carbonato de difenilo a partir de carbonato de dibutilo y fenol son particularmente importantes, y por lo tanto, los compuestos carboxilo aromáticos y sus residuos de (D) y (E) descritos anteriormente se muestran a continuación como ejemplos.

20 Se pueden incluir entre los ejemplos de (D): ácido salicílico, ácido p-hidroxibenzoico; salicilato de fenilo, p-hidroxibenzoato de fenilo, salicilato de butilo; p-hidroxibenzoato de butilo, butoxibenzoato de fenilo (isómeros del mismo); fenoxibenzoato de fenilo (isómeros del mismo); fenoxicarboniloxibenzoato de fenilo (isómeros del mismo); fenoxicarboniloxibenzoato de butilo (isómeros del mismo); butoxicarboniloxibenzoato de butilo (isómeros del mismo) o similares.

25 Se pueden incluir entre los ejemplos de (E): ácido dihidroxibenzoico (isómeros del mismo); dihidroxibenzoato de fenilo (isómeros del mismo); fenoxicarbonil difenol (isómeros del mismo); 2-(4-hidroxifenil)-2-(3'-fenoxicarbonil-4'-hidroxifenil) propano o similares.

30 Las xantonas que se incluyen en los materiales de elevado punto de ebullición de la presente invención incluyen xantonas y las xantonas que tienen, como mínimo, un sustituyente en el anillo aromático seleccionado entre los siguientes grupos de sustituyentes diferentes que comprende: grupos alquilo tales como un grupo metilo, grupo etilo, grupo propilo, grupo isopropilo, grupo butilo y grupo isobutilo; grupo hidroxilo, grupos alcoxi tales como un grupo metoxi, grupo etoxi, grupo propoxi, grupo isopropoxi, y grupo butoxi; grupos ariloxi tales como un grupo fenoxi, grupo toliiloxi; grupos alcoxicarboniloxi tales como un grupo metoxicarboniloxi, grupo etoxicarboniloxi, grupo propoxicarboniloxi, y grupo butoxicarboniloxi; grupos ariloxicarboniloxi tales como un grupo fenoxicarboniloxi, grupo toliiloxicarboniloxi; un grupo carboxilo, grupos alcoxicarbonilo tales como un grupo metoxicarbonilo y grupo etoxicarbonilo; grupos ariloxicarbonilo, tales como un grupo fenoxicarbonilo y grupo toliiloxicarbonilo, y grupos arilcarboniloxi tales como un grupo benzoiloxi y grupo toliilcarboniloxi.

40 Una sustancia activa de la presente invención es una sustancia que reacciona con un material de elevado punto de ebullición y/o un catalizador que contiene metal, y se puede utilizar cualquier sustancia siempre que se produzca una mezcla de reacción separable como resultado de la reacción. Por ejemplo, la sustancia activa incluye un agente oxidante, un agente reductor, un agente de precipitación, un agente de adsorción, un disolvente reactivo o similares.
45 En particular, se utilizan preferentemente el agente oxidante, agente de precipitación, disolvente reactivo o similares. Estas sustancias activas se pueden usar solas, o en combinación de 2 tipos y más de forma simultánea o secuencialmente.

50 El producto derivado de la sustancia de elevado punto de ebullición en la presente invención son los productos de reacción y/o sustancias de elevado punto de ebullición sin reaccionar que resultan de la reacción entre la sustancia de elevado punto de ebullición y la sustancia activa.

55 Asimismo, el producto derivado del catalizador que contiene metal son los productos de reacción y/o catalizador que contiene metal sin reaccionar que resultan de la reacción entre el catalizador que contiene metal y la sustancia activa.

60 La separación de la mezcla de reacción que contiene el producto derivado de la sustancia de elevado punto de ebullición y el producto derivado del catalizador que contiene metal puede llevarse a cabo por cualquier procedimiento de separación, siempre que procedimiento sea capaz de separar esta mezcla de reacción en dos componentes, uno que contiene principalmente el producto derivado de la sustancia de elevado punto de ebullición y el otro, que contiene principalmente el producto derivado del catalizador que contiene metal. Por ejemplo, se pueden utilizar procedimientos de separación de fases de gas-condensación tales como separación de gas-líquido, separación de gas-sólido, separación de fases líquido gas-sólido o un procedimiento similar; procedimientos de separación de sólido-líquido, tales como la sedimentación, centrifugación, filtración, o procedimientos similares; 65 procedimiento de destilación; procedimiento de extracción; procedimiento de adsorción; o similares, y preferentemente, se utilizan procedimientos de separación tales como sedimentación, destilación y adsorción.

Además, estos procedimientos de separación pueden ser utilizados solos, o en combinación de dos o más procedimientos de forma simultánea o secuencialmente.

5 La combinación de esta sustancia activa y el procedimiento de separación no están limitados en particular, pero entre los procedimientos preferentes para llevar a cabo la presente invención se incluyen los siguientes:

10 (I) El procedimiento de separación gas-fase de condensación, en el que la sustancia activa es un agente oxidante, la reacción es una reacción de oxidación, el producto derivado del material de elevado punto de ebullición son productos oxidados de bajo punto de ebullición, y el producto derivado del catalizador que contiene metal es óxido metálico.

15 (II) El procedimiento de separación sólido-líquido, en el que la sustancia activa es un agente de precipitación, la reacción es la reacción de precipitación, y el producto derivado del catalizador que contiene metal es la sustancia sólida que contiene metal que está presente en la mezcla de reacción.

(III) El procedimiento de separación por destilación, en el que la sustancia activa es un disolvente reactivo, la reacción es la solvolisis, y el producto derivado del material de elevado punto de ebullición es uno de la solvolisis con bajo punto de ebullición.

20 Cuando se utiliza el procedimiento de (I) mencionado anteriormente, el agente oxidante a utilizar es el que oxida el material de elevado punto de ebullición produciendo productos de oxidación de bajo punto de ebullición como los derivados del material de elevado punto de ebullición, y que oxida el catalizador que contiene metal produciendo óxido metálico como el producto derivado del catalizador que contiene metal. Entre los ejemplos de estos agentes oxidantes se incluyen: aire, oxígeno molecular, ozono, peróxido de hidrógeno, óxido de plata; peróxidos orgánicos tales como ácido peracético, ácido perbenzoico, peróxido de benzoilo, hidroperóxido de terbutilo, hidroperóxido de cumilo o similares; oxoácidos tales como ácido nitroso, ácido nítrico, ácido clórico, y ácido hipocloroso y sales de los mismos o similares. Se utiliza preferentemente aire, oxígeno molecular, ozono, peróxido de hidrógeno, ácido nitroso y ácido nítrico, y más preferentemente se utilizan aire y oxígeno molecular.

30 La reacción entre el líquido y un agente oxidante se lleva a cabo en una fase seleccionada del grupo que comprende fase líquida, fase mixta gas-líquido y fase mixta sólida gas-líquido, aunque la reacción depende del tipo de agente oxidante y las condiciones de reacción. La temperatura de la reacción, aunque puede variar dependiendo del tipo de agente oxidante utilizado, normalmente es de -30 - 2000 °C, preferentemente de 0 - 1200 °C y más preferentemente de 0 - 900 °C. El tiempo de reacción, aunque se puede variar dependiendo del tipo de agente oxidante y el tiempo de reacción, normalmente es de 0,001 - 100 horas, preferentemente de 0,1 - 20 horas. La presión de la reacción se lleva a cabo normalmente a 10^{-10} - 10^7 Pa, y preferentemente de 10^2 - 3×10^6 Pa. Esta reacción se puede llevar a cabo en una reacción por lotes o en reacción continua.

40 En el procedimiento de (I) mencionado anteriormente, la separación de la mezcla de reacción se lleva a cabo mediante separación gas-fase de condensación. La fase de condensación significa fase líquida, fase sólida o fase mixta de sólido y líquido. Si la mezcla de reacción de la reacción de oxidación mencionada anteriormente es en fase líquida al final de la reacción de oxidación, fase mixta gas-líquido o fase mixta sólida gas-líquido, se pueden obtener los componentes de la fase condensada que comprenden principalmente de óxido de metal: mediante la realización de la separación de fases de la mezcla de reacción en los componentes de la fase de gas que comprenden principalmente de productos de bajo punto de ebullición de la oxidación y la fase de condensación que contiene óxidos metálicos, y de la destilación o evaporación de los productos de oxidación bajo punto de ebullición de los componentes de la fase de condensación obtenidos.

50 Si el catalizador que contiene metal en el líquido se oxida a óxido de metal que forma una fase sólida durante el avance de la reacción de oxidación mencionada anteriormente, se puede obtener la mezcla sólido-líquido, mientras tiene lugar la reacción.

55 Además, la mezcla de reacción de oxidación se puede convertir en una fase sólida sólo mediante la evaporación del producto de oxidación de bajo punto de ebullición, que se produce por la oxidación del material de elevado punto de ebullición, junto con los componentes volátiles en el líquido. Este es el procedimiento preferente porque, de forma simultánea con la reacción de oxidación, la fase sólida, que se compone principalmente del óxido de metal se separa de la fase gaseosa que contiene el producto de oxidación de bajo punto de ebullición.

60 El producto de oxidación de bajo punto de ebullición es un compuesto que se produce por la oxidación de un material de elevado punto de ebullición por el agente oxidación, que tiene un punto de ebullición más bajo que el del material de elevado punto de ebullición. Se incluyen entre los ejemplos del producto de oxidación de bajo punto de ebullición dióxido de carbono, agua, monóxido de carbono, compuestos orgánicos que contienen oxígeno, compuestos orgánicos insaturados, los materiales de elevado punto de ebullición con átomos de carbono reducidos o similares, aunque pueden variar en función del tipo de agente oxidante y material de elevado punto de ebullición utilizados.

65

El óxido de metal es el óxido del metal en el catalizador que contiene metal, e incluye TiO , Ti_2O_3 , TiO_2 o similares. Cuando se utiliza un catalizador que contiene metal que tiene una pluralidad de metales, se obtiene una mezcla de los óxidos metálicos correspondientes y/o el complejo de óxido metálico.

5 En caso de que se utiliza el procedimiento (II) mencionado anteriormente, esta sustancia que contiene metal puede ser cualquier sustancia que contiene metal siempre que exista como el sólido en esta mezcla de reacción y contiene este metal. Por ejemplo, incluye: un hidróxido de metal; un calcogenuro metálico tales como óxido de metal, sulfuro de metal o similares; una sal de ácido inorgánico tales como carbonato de metal, sulfato de metal o similares; sal de ácido orgánico de metal; complejo de metal; sal doble de metal o similares. Carbonatos de metal, hidróxidos de metal, óxidos metálicos, sulfuros metálicos y sulfatos metálicos son preferentes debido a que su solubilidad en esta mezcla de reacción es baja. La sustancia reactiva, material de partida o similares pueden estar coordinados con estas sustancias que contienen metales.

15 Se puede utilizar cualquier agente precipitante que reaccione con el catalizador que contiene metal, produciendo la sustancia que contiene metal mencionada anteriormente. Por ejemplo, para precipitar estos hidróxidos de metal, se utilizan hidróxidos inorgánicos tales como hidróxidos de metales alcalinos, hidróxidos de metales alcalinotérreos o similares, y agua. Con el fin de precipitar estos óxidos metálicos, se utilizan óxidos inorgánicos tales como óxidos de metales alcalinos, óxidos de metales alcalinotérreos o similares, y oxidantes tales como peróxido de hidrógeno o similares. Con el fin de precipitar estos sulfuros metálicos, se utilizan sulfuros inorgánicos tales como sulfuros de metales alcalinos, sulfuros de metales alcalinotérreos o similares, y sulfuro de hidrógeno. Con el fin de precipitar estos carbonatos de metal, se utilizan sales de carbonato inorgánicas tales como carbonatos de metales alcalinos, carbonatos de metales alcalinotérreos o similares, y ácido carbónico, dióxido de carbono y agua. Con el fin de precipitar estos sulfatos de metal, se utilizan sales de sulfato inorgánicas, tales como sulfatos de metales alcalinos, sales de metales alcalinotérreos o similares, ácido sulfúrico, trióxido de azufre y agua.

25 La reacción entre el catalizador que contiene un metal y el agente precipitante, aunque puede variar dependiendo de los tipos de catalizador y el agente precipitante, y la condición de reacción utilizada, se lleva a cabo normalmente en condiciones de una fase seleccionada del grupo que comprende fase líquida, fase mixta gas-líquido, fase mixta gas-líquido-sólido, y fase mixta sólido-líquido. La temperatura de reacción, aunque puede variar dependiendo del tipo de agente precipitante utilizado, es normalmente de -70 a 600 °C, preferentemente de -30 - 400 °C, más preferentemente de -10 - 250 °C.

35 El tiempo de reacción, aunque se puede variar en dependencia del tipo de agente de precipitación y la temperatura de reacción, normalmente es de $0,001$ - 100 horas, preferentemente de $0,1$ - 20 horas. La reacción se lleva a cabo habitualmente a la presión de 10 - 10^7 Pa. Esta reacción puede llevarse a cabo como reacción por lotes o continua.

40 En la reacción de precipitación, el procedimiento preferente consiste en añadir una sustancia que forma núcleos de cristales. Además, aunque existe la sustancia que contiene metal como un sólido en la separación de esta mezcla de reacción, no necesariamente tiene que existir en forma de sólido, mientras la reacción de precipitación se está llevando a cabo, y puede ser solidificado mediante etapas tales como refrigeración o similares después de esta reacción. En el caso del procedimiento de (II) mencionado anteriormente, la separación de la mezcla de reacción es la separación sólido-líquido, y la mezcla se separa a una fase sólida que comprende principalmente la sustancia que contiene metal y una fase líquida que comprende principalmente el producto derivado del material de elevado punto de ebullición. Para esta separación sólido-líquido, se utilizan normalmente sedimentación, centrifugación, filtración o procedimientos de separación similares.

Además, cuando se lleva a cabo el procedimiento de (II), el material de elevado punto de ebullición contenido en el líquido puede reaccionar o puede no reaccionar en la reacción de precipitación.

50 En el caso que se utilice el procedimiento de (III) mencionado anteriormente (III), el disolvente reactivo a utilizar puede ser cualquier disolvente reactivo, siempre que reaccione con el material de elevado punto de ebullición y produzca compuestos con punto de ebullición inferior al del material de elevado punto de ebullición. Por ejemplo, se puede utilizar agua, alcoholes inferiores tales como metanol, etanol, propanol (isómeros de los mismos), butanol (isómeros de los mismos), o similares; ácidos carboxílicos inferiores tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico o similares; carbonatos tales como carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dibutilo o similares. Preferentemente, se utiliza agua, metanol, etanol, ácido acético, acetato de metilo, acetato de etilo, carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dibutilo o similares y más preferentemente, se utiliza agua.

60 La solvolisis en la presente invención se refiere a la reacción entre el disolvente reactivo y el material de elevado punto de ebullición, y los productos de la solvolisis pueden someterse a reacciones adicionales tal como la reacción de descarboxilación, que es diferente de la reacción de solvolisis. Este producto de bajo punto de ebullición de la solvolisis puede ser un producto con un punto de ebullición inferior al del material de elevado punto de ebullición y su variedad o estructura puede variar dependiendo del disolvente reactivo y del tipo de material de elevado punto de ebullición. Los productos de solvolisis con bajo punto de ebullición se explican en particular en los siguientes puntos (i) - (iii), cuando el material de elevado punto de ebullición es salicilato de fenilo, que es uno de los compuestos carboxilo aromáticos.

(i) en el caso en el que el disolvente reactivo es agua: se producen fenol y ácido salicílico por hidrólisis y este ácido salicílico se somete además a una reacción de descarboxilación que produce fenol y dióxido de carbono.

5 (ii) en el caso en el que el disolvente reactivo es alcohol: se producen salicilato de alquilo y fenol por alcoholisis.

(iii) en el caso en el que el disolvente reactivo es ácido carboxílico: se producen ácido salicílico y éster de carboxilato de fenilo por transesterificación y este ácido salicílico se somete además a una reacción de descarboxilación y es convertido en fenol y dióxido de carbono.

10 La explicación anterior se basa en el ejemplo de salicilato de fenilo, que es un compuesto carboxílico aromático de estructura relativamente sencilla, pero las reacciones similares con compuestos carboxílicos aromáticos más complejos también pueden generar productos de solvolisis correspondientes tales como compuestos monohidroxi aromáticos, éster de ácido carboxílico inferior y compuesto mono hidroxilo aromático, éster del compuesto de carboxilo aromático y un alcohol inferior, dióxido de carbono o similares. En particular, son preferentes los compuestos monohidroxi aromáticos como productos de solvolisis, ya que son las sustancias reactivas de la presente invención y se pueden reutilizar.

15 Puesto que el líquido contiene el catalizador que contiene metal que normalmente funciona como catalizador para la reacción de solvolisis, no es necesaria la utilización de un catalizador para la reacción de solvolisis en particular. Sin embargo, el catalizador puede ser utilizado con el fin de mejorar la velocidad de reacción o similar.

20 La reacción entre el material de elevado punto de ebullición y el disolvente reactivo se lleva a cabo normalmente, aunque puede variar dependiendo de las condiciones de reacción, en condición de una fase, ya sea en fase líquida o fase de mezcla sólido-líquido.

25 La temperatura de reacción, aunque puede variar dependiendo del tipo de disolvente reactivo utilizado, es normalmente de -30 a 400 °C, preferentemente de -10 a 300 °C, más preferiblemente de -0 a 250 °C.

30 El tiempo de reacción, aunque puede variar dependiendo del tipo de disolvente reactivo y la temperatura de reacción, normalmente es de 0,001 - 100 horas, preferentemente de 0,1 - 20 horas. La reacción se lleva a cabo habitualmente bajo presión de 10 - 10⁷ Pa. Esta reacción se puede llevar a cabo como reacción por lotes o continua.

35 El catalizador que contiene metal puede o no catalizar la reacción de solvolisis. En el caso de la reacción de agua o alcoholes como disolventes reactivos para el líquido que contiene un compuesto carboxílico aromático como el material de elevado punto de ebullición, se genera dióxido de carbono como uno de los derivados del material de elevado punto de ebullición debido a la descarboxilación. Por lo tanto, este dióxido de carbono actúa como agente de precipitación y reacciona con el catalizador que contiene metal, y se pueden obtener sustancias que contienen metal tales como carbonato de metal o similares en los estados soluble y/o solidificado.

40 En el procedimiento del punto (III) mencionado anteriormente, la mezcla de reacción se separa por destilación, y los productos de la solvolisis de bajo punto de ebullición que son los productos derivados del material de elevado punto de ebullición se obtienen principalmente como destilados. El catalizador que contiene metal permanece en el líquido residual en la destilación. Esta separación por destilación se lleva a cabo normalmente a la temperatura de 10 - 300 °C, preferentemente de 50 - 250 °C, representada como la temperatura del líquido en la destilación. La reacción se lleva a cabo habitualmente bajo la presión de 0,1 - 1,0 x 10⁶ Pa, preferentemente de 1,0 - 1.0 x 10⁵ Pa. La destilación se puede llevar a cabo por lotes o de forma continua.

45 Cuando los productos derivados del catalizador que contiene metal, que se obtienen mediante la separación de la mezcla de reacción del líquido de la sustancia activa, se reciclan al sistema, la composición que contiene los productos derivados del catalizador que contiene metal, que se obtienen por separación de la mezcla de reacción, en forma líquida, sólida o fase mixta sólido líquido pueden ser reciclados al sistema como tales, o si esta composición contiene otros componentes diferentes a los productos derivados del catalizador que contiene metal, una parte o todos los componentes se pueden separar y, a continuación, reciclar al sistema. Además, se puede reciclar la solución o suspensión de reacción, que se obtiene por la reacción de los productos derivados del catalizador que contiene metal con el material de partida o a la sustancia reactiva. Este procedimiento es el procedimiento preferente cuando los productos derivados del catalizador que contiene metal están en fase sólida o en fase mixta sólido líquido.

50 En cuanto a los materiales líquidos de elevado punto de ebullición que se deben retirar del sistema, las concentraciones que pueden variar dependiendo del tipo de material no es preferible que se mantengan extremadamente bajas debido a que el volumen del líquido, que se debe retirar, se hace demasiado grande. Además, si la concentración del material de elevado punto de ebullición es demasiado alta, la manipulación se hace difícil debido al aumento del punto de ebullición y la viscosidad. Por lo tanto, la concentración del material de elevado punto de ebullición en el líquido, que se debe retirar, normalmente es de 0,01 a 99% en peso, preferentemente de 0,1 - 95% en peso y más preferentemente de 1 - 90% en peso.

Además, cuando el material de elevado punto de ebullición es un compuesto de hidroxilo polivalente aromático, la relación en peso del compuesto de hidroxilo polivalente aromático con respecto al metal del catalizador en el líquido se mantiene normalmente en 2 o inferior para evitar el depósito y la fijación del catalizador en el reactor y las conducciones.

Mediante la utilización del catalizador que contiene metal de la presente invención, se han mejorado sorprendentemente los factores que hicieron la preparación inestable en el pasado, tales como la obstrucción de la columna de destilación, la deposición del componente de catalizador en la pared.

Además, el ejemplo preferente de la presente invención incluye la utilización de carbonato de diarilo, purificado mediante el procedimiento de la presente invención, en la preparación de policarbonato aromático mediante el procedimiento de transesterificación. El policarbonato que se prepara mediante el procedimiento de transesterificación, dependiendo del procedimiento de polimerización, tiende a mostrar color rojo debido al contenido de metal en el catalizador para el carbonato de difenilo que se utiliza como el material, especialmente cuando el contenido de Ti es mayor que 1 ppm. Sin embargo, el carbonato aromático, particularmente importante el carbonato de difenilo, que se prepara mediante el procedimiento de la presente invención contiene Ti a 1 ppm o menos. El policarbonato se prepara fácilmente mediante la polimerización por transesterificación con bisfenol A. Por lo tanto, el policarbonato preparado en la presente invención es de alta calidad, ya que contiene menos Ti que causa la coloración del policarbonato.

Además, en la preparación de policarbonato aromático mediante el procedimiento de transesterificación, se puede conseguir la polimerización a alta velocidad utilizando el carbonato de diarilo preparado mediante el procedimiento de la presente invención. Adicionalmente, el policarbonato aromático preparado mediante el procedimiento de transesterificación, que se obtiene utilizando el compuesto dihidroxí aromático y el carbonato de diarilo preparado mediante el procedimiento de la presente invención, no tiene color y es de alta calidad.

EFECTO DE LA INVENCION

Según la presente invención, se prepara carbonato de diarilo de alta pureza que se separa fácilmente de un catalizador, en el que un material de partida seleccionado del grupo que comprende un carbonato de dialquilo, un carbonato de alquilarilo y una mezcla de los mismos y una sustancia reactiva seleccionada del grupo que comprende un compuesto monohidroxi aromático, un carbonato de alquilarilo y una mezcla de los mismos se hacen reaccionar en presencia de un catalizador que contiene metal para preparar carbonatos aromáticos, a la vez que los subproductos de alcoholes y/o de carbonatos de dialquilo son separados por destilación al exterior del sistema.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

La figura 1 es un diagrama de flujo de proceso relacionado con la preparación de carbonato aromático en la presente invención; y

La figura 2 es un diagrama de flujo de proceso relacionado con la purificación de carbonato de diarilo en la presente invención.

La figura 3 es un diagrama de flujo de proceso relacionado con la estructura del éster aromático de ácido carbónico.

La figura 4 es un diagrama de flujo de proceso relacionado con la estructura del éster aromático de ácido carbónico.

DESCRIPCION DE LOS SIMBOLOS

1, 4, 7, 10, 13, 16, 19, 22, 25, 28, 31, 34, 37, 40, 43, 46, 54, 57, 58, 60: Conducción

50, 56: conducción de entrada

2, 14, 26, 38, 51: precalentador

3, 15, 27, 39, 49: columna de destilación continua de etapas múltiples

5, 17, 29, 41: enfriador

55: condensador

6, 18, 30, 42: separador de gas líquido

11, 23, 35, 47, 59: intercambiador de calor ("reboiler")

8, 12, 20, 24, 33, 36, 44, 48: tanque de almacenamiento

9, 21, 32, 45: válvula de control de presión

5 52: parte superior de la columna

53: parte inferior de la columna

MEJOR MODO DE LLEVAR A CABO LA INVENCION

10 A continuación, la presente invención se explicará, en particular, mediante ejemplos, pero la presente invención no está limitada por estos ejemplos. Además, se llevaron a cabo mediciones de la concentración del catalizador y la concentración del metal derivado del catalizador que contiene metal en carbonato aromático utilizando un ICP/AES (Plasma de Acoplamiento Inductivo / Espectroscopio de Emisión Atómica: límite de detección de 0,1 ppm). Las concentraciones de los componentes orgánicos en el líquido se midieron por cromatografía de gases.

15 (1) Condiciones para el análisis mediante cromatografía de gases.

Columna: DB-1 (J & W Scientific)

20 Fase líquida: 100% de dimetilpolisiloxano

Duración: 30 m

Diámetro interior: 0,25 mm

Espesor de la película: 1 μm

Temperatura de la columna: 50 $^{\circ}\text{C}$ (aumentado en 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$) 300 $^{\circ}\text{C}$

25 Temperatura de inyección: 300 $^{\circ}\text{C}$

Temperatura del detector: 300 $^{\circ}\text{C}$

Procedimiento de detección: FID

30 (2) Análisis cuantitativo

Las soluciones de muestra de análisis se analizaron cuantitativamente sobre la base de las curvas de calibración preparadas mediante la realización de los análisis de las muestras de calibración de cada sustancia estándar.

35 (3) Confirmación del enlace Ti-O-Ti.

La presencia del enlace Ti-O-Ti se estimó mediante la identificación del sustituyente Ti (o ligando) a partir del resultado de $^1\text{H-RMN}$, y restando el valor del oxígeno derivado de este sustituyente (o ligando) del resultado del análisis de elementos (C, H, O, Ti) y asumiendo este valor de oxígeno como el oxígeno reticulado derivado de Ti-O-Ti.

40 (4) Condiciones para el análisis de RMN

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

45 (Preparación de muestras para análisis de $^1\text{H-RMN}$, $^{13}\text{C-RMN}$)

El catalizador que contiene metal se pesó en el intervalo de 0,1 g - 1 g y se mezcló de forma homogénea con cloroformo deuterado (Aldrich Co. 99,8%) o tetracloruro de carbono que pesaba en el intervalo de 0,05 g - 0,7 g para preparar las muestras para el análisis de RMN. Se utilizó TMS (tetrametilsilano) como estándar interno.

50 **Ejemplos**

La presente invención se describirá en base a los ejemplos.

Ejemplo 1

55 [Preparación de éster aromático de ácido carbónico]

Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y una conducción -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, aducto de 2PhOH dímero de titanato de fenilo $[(\text{PhO})_3\text{-Ti-O-Ti-(OPh)}_3\cdot 2\text{PhOH}]$ (resultado del análisis de elementos: C = 67,2, H = 4,93, O = 16,77, Ti = 11,1; resultado del análisis de $^1\text{H-RMN}$: existen grupos PhOH y PhO en proporción de 2:6. En una molécula, existen dos átomos de Ti y un átomo de oxígeno que no se deriva de los grupos PhOH y PhO, es decir, existe un enlace Ti-O-Ti; peso molecular sin el aducto PhOH: 670; presión de vapor: 1 Pa o menor a 230 $^{\circ}\text{C}$) (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el

líquido) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro). La parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h. El catalizador se disolvió en el líquido de reacción.

Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contiene 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9).

El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por aproximadamente 23% en peso de fenol, aproximadamente 56% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente 12% en peso de carbonato de butil fenilo, aproximadamente 0,2% en peso de carbonato de difenilo, aproximadamente 0,3% en peso de 1-butanol y el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por aproximadamente 99% en peso de 1-butanol, aproximadamente 0,5% en peso de fenol y aproximadamente 0,2% en peso de carbonato de dibutilo.

Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, estaba compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que se suministró la mezcla de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior.

La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-. El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C.

El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contiene carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continuamente hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4).

El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto aproximadamente de 5% en peso de carbonato de dibutilo, aproximadamente 74% en peso de carbonato de butilfenilo, aproximadamente 10% en peso de carbonato de difenilo, y el catalizador. El líquido retirado al tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto aproximadamente de 0,3% en peso de 1-butanol, aproximadamente 18% en peso de fenol, y aproximadamente 81% en peso de carbonato de dibutilo. No se encontró ningún depósito o similares en la columna de destilación en la inspección.

[Purificación de carbonato de diarilo]

La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que fue retirado al tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 192 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa media de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m.

El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior

de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 90 g/h. Después de la eliminación de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 102 g/h. El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 73% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 26% en peso.

La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 101 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m. El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 200 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 19 g/h.

Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 82 g/h. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto de carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,7% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 90% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 9% en peso.

Un líquido blanco solidificado a temperatura ambiente se retiró de forma continua a un tanque de almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo, aproximadamente 100% en peso, y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti estaba por debajo del límite de detección. La inspección de la columna de destilación no reveló depósitos o similares.

Ejemplo Comparativo 1

[Preparación de carbonato aromático]

Se preparó carbonato aromático en el dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y una conducción de transporte -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, titanato de fenilo [Ti (OPh)₄] (este titanato de fenilo: aducto con fenol; peso molecular sin el aducto de fenol: 420; presión de vapor: aproximadamente 15 Pa a 230 °C) (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro). La parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior.

El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h.

Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contiene 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación, se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9). El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 23% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 56% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 99% en peso, fenol: aproximadamente 0,5% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,2% en peso.

Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una

columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que se suministró la mezcla de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación se dispuso en la parte superior.

La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-. El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C.

El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contiene carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4).

El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 5% en peso, carbonato de butilfenilo: aproximadamente 74% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 10% en peso. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso, fenol: aproximadamente 18% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 81% en peso.

[Purificación de carbonato de diarilo]

La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 100 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m.

El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 20 g/h.

Después de la eliminación de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 80 g/h.

El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 86% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 7,5% en peso.

La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 100 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m. El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230 °C.

El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 8 g/h. Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente

a 92 g/h.

El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto de carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 94% en peso.

El líquido retirado a un tanque de almacenamiento -48- era sólido a temperatura ambiente pero tenía una coloración roja. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti era de aproximadamente 5 ppm.

Ejemplo Comparativo 2

[Preparación de carbonato aromático]

Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 100 g/h, a través de un precalentador -2- y la conducción de transporte -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, di(fenil salicilato) titanato-difenolato (peso molecular: 660; presión de vapor: 1 Pa o inferior a 230 °C) (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro).

La parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C.

El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 95 g/h. El catalizador se disolvió en el líquido de reacción.

Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contiene 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación, se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 5 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 2).

El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 26% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 50% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol: aproximadamente 0,6% en peso y el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 90% en peso, fenol: aproximadamente 7% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 3% en peso.

Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que se suministró el líquido de reacción de forma continua el líquido que contenía el catalizador desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación se dispuso en la parte superior.

La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 95 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-. El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C.

El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 19 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contiene carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior

de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -20- a 76 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4).

5 El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,3% en peso, carbonato de butilfenilo: aproximadamente 38% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 14% en peso y también el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,7% en peso, fenol: aproximadamente 33% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 65% en peso, carbonato de butilfenilo: aproximadamente 1% en peso. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

[Purificación de carbonato de diarilo]

15 La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 192 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m.

20 El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 90 g/h.

25 Después de la eliminación de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 102 g/h. El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 73% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 26% en peso.

30 La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 101 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m. El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 200 °C.

35 El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 19 g/h. Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 82 g/h.

40 El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,7% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 90% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 9% en peso. Un líquido blanco que se solidificó a temperatura ambiente se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo: aproximadamente 100% en peso y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti era de aproximadamente 0,8 ppm. La inspección de la columna de destilación no reveló depósitos o similares.

55 Ejemplo 2

[Preparación de carbonato aromático]

60 Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y una conducción -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, trómero de titanato de butilo $[(\text{BuO})_3\text{-Ti-O-Ti-(OBu)}_2\text{-O-Ti-(OBu)}_3]$ (resultado del análisis de elementos: C = 50,5, H = 9,5, O = 21,1, Ti = 18,9; debido a que el oxígeno derivado de BuO es 16,8, el número de puentes de oxígeno es de 2, es decir, hay dos enlaces Ti-O-Ti; peso molecular: 760; presión de vapor: 1 Pa o menor a 230 °C) (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó

aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido, y este catalizador se disolvió en esta mezcla) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2

5

La parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla líquida se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una

10

conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C.

15

El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h. El catalizador se disolvió en el líquido de reacción.

Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contiene 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se sometió a

20

reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9). El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 23% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 56% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso y también el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 99% en peso,

25

fenol: aproximadamente 0,5% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,2% en peso.

30

Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que se suministró la mezcla de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior.

35

La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-. El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C.

40

El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contiene carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continuamente hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4).

45

[Purificación de carbonato de diarilo]

50

El líquido retirado del tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 5% en peso, carbonato de butilfenilo aproximadamente 74% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 10% en peso, y también el catalizador. El líquido retirado al tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso, fenol aproximadamente 18% en peso, y carbonato de dibutilo: aproximadamente 81% en peso. No se encontró ningún depósito o similares en la columna de destilación en la inspección.

La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 192 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un

60

65

intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 90 g/h. Después de retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 102 g/h.

El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 73% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 26% en peso.

La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 101 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m. El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 200 °C.

El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 19 g/h.

Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 82 g/h. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,7% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 90% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 9% en peso.

Un líquido blanco que se solidificó a temperatura ambiente se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo: aproximadamente 100% en peso, y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti estaba por debajo del límite de detección. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

Ejemplo 3

[Preparación de carbonato aromático]

Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y una conducción de transporte -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, una composición de polititanoxano orgánico (Matsumoto Trading Co. Ltd. Organics TA-22) que contenía dímero de titanato de butilo $[(\text{BuO})_3\text{-Ti-O-Ti-(OBu)}_3]$ (peso molecular: 550; presión de vapor: 1 Pa o menor a 230 °C) (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido, y este catalizador se disolvió en esta mezcla) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro).

La parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla líquida se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h. Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9). El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 23% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 56% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol:

aproximadamente 0,3% en peso y también el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 99% en peso, fenol: aproximadamente 0,5% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,2% en peso.

5 Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que se suministró la mezcla de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-.

El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continuamente hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4). El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 5% en peso, carbonato de butilfenilo aproximadamente 74% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 10% en peso, y también el catalizador. El líquido retirado al tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso, fenol: aproximadamente 18% en peso, y carbonato de dibutilo: aproximadamente 81% en peso. No se encontró ningún depósito o similares en la columna de destilación en la inspección.

[Purificación de carbonato de diarilo]

35 La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 100 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 20 g/h.

Después de retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 80 g/h. El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 86% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 7,5% en peso. La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 100 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m.

El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 8 g/h. Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 92 g/h. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 94% en peso. Un líquido blanco que se solidificó a temperatura ambiente se retiró de forma continua hacia un tanque de

almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo: aproximadamente 100% en peso, y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti estaba por debajo del límite de detección. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

5

Ejemplo Comparativo 3

[Preparación de éster aromático de ácido carbónico]

10 Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y la conducción de transporte -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, metil fenóxido de titanio (Azumax Co. Ltd. Ti-A KT881 (peso molecular: 476; presión de vapor: 1 Pa o inferior a 230 °C) (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) (en el momento del suministro el catalizador se disolvió en la solución).

La parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h. Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación, se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9).

El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 23% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 56% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso y el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 99% en peso, fenol: aproximadamente 0,5% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,2% en peso.

Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que se suministró el líquido de reacción que contenía el catalizador de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación se dispuso en la parte superior. La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-.

El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4). El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 5% en peso, carbonato de butilfenilo: aproximadamente 74% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 10% en peso y el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso, fenol: aproximadamente 18% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 81% en peso. No se encontraron

65

depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

[Purificación de carbonato de diarilo]

5 La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 100 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 20 g/h.

Después retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 80 g/h. El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 86% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 7,5% en peso. La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 100 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m.

El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230°C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 8 g/h. Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 92 g/h. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 94% en peso. Un líquido blanco que se solidificó a temperatura ambiente se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo: aproximadamente 100% en peso y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti era de aproximadamente 0,8 ppm. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

40 Ejemplo 4

[Preparación de carbonato aromático]

45 Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y una conducción de transporte -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, una composición de polítitanoxano orgánico (Nippon Soda Co. Ltd. B-4) que contenía tetrámero de titanato de butilo (peso molecular: 970; presión de vapor: 1 Pa o menor a 230 °C) (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido, y este catalizador se disolvió en esta solución) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro).

La parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla líquida se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h. El catalizador se disolvió en el líquido de reacción. Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se

sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9).

El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 23% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 56% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso y el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 99% en peso, fenol: aproximadamente 0,5% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,2% en peso.

Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que se suministró la mezcla de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-.

El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continuamente hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4). El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 5% en peso, carbonato de butilfenilo aproximadamente 74% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 10% en peso, y el catalizador. El líquido retirado al tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso, fenol: aproximadamente 18% en peso, y carbonato de dibutilo: aproximadamente 81% en peso.

[Purificación de carbonato de diarilo]

La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 100 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 20 g/h.

Después de retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 80 g/h. El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 86% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 7,5% en peso. La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 100 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m.

El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 8 g/h. Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-,

el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 92 g/h. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 94% en peso. Un líquido blanco que se solidificó a temperatura ambiente se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo: aproximadamente 100% en peso, y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti estaba por debajo del límite de detección. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

10 Ejemplo Comparativo 4

[Preparación de éster aromático de ácido carbónico]

15 Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y la conducción de transporte -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, óxido de butilóxido de monobutilestaño (peso molecular: 660 o superior; presión de vapor: 1 Pa o inferior a 230 °C) (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido, y este catalizador se disolvió en esta solución) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro).

25 La parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h. El catalizador se disolvió en el líquido de reacción. Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación, se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9).

40 El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 23% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 56% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso y el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 99% en peso, fenol: aproximadamente 0,5% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,2% en peso.

45 Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que se suministró el líquido de reacción de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación se dispuso en la parte superior. La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-.

60 El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4). El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24-

estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 5% en peso, carbonato de butilfenilo: aproximadamente 74% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 10% en peso. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso, fenol: aproximadamente 18% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 81% en peso. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

[Purificación de carbonato de diarilo]

La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 100 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 20 g/h.

Después retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 80 g/h. El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 86% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 7,5% en peso. La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 100 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m.

El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 8 g/h. Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 92 g/h. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 94% en peso. Un líquido blanco que se solidificó a temperatura ambiente se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo: aproximadamente 100% en peso y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Sn era de aproximadamente 0,9 ppm. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

Ejemplo 5

[Preparación de éster aromático de ácido carbónico]

Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y una conducción de transporte -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, titanato que contenía hexámero de titanato de butilo $[(\text{BuO})_3\text{-Ti-O-(Ti-(OBu)}_2\text{O)}_4\text{-Ti-(OBu)}_3)]$ (resultado del análisis de elementos: C = 48,3, H = 9,1, O = 21,9, Ti = 20,7; debido a que el oxígeno derivado de BuO es 16,1, el número de puentes de oxígeno es 5, es decir, hay 5 enlaces Ti-O-Ti; peso molecular: 1390; presión de vapor: 1 Pa o menor a 230 °C) (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido, y este catalizador se disolvió en esta solución) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro).

La parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla líquida se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de

destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h. El catalizador se disolvió en el líquido de reacción. Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9).

El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 23% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 56% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso y también el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 99% en peso, fenol: aproximadamente 0,5% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,2% en peso.

Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que se suministró el catalizador la mezcla de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-.

El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continuamente hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4). El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 5% en peso, carbonato de butilfenilo aproximadamente 74% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 10% en peso, y el catalizador. El líquido retirado al tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso, fenol: aproximadamente 18% en peso, y carbonato de dibutilo: aproximadamente 81% en peso. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

[Purificación de carbonato de diarilo]

La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 100 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 20 g/h.

Después de retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 80 g/h. El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 86% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 7,5% en peso. La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 100 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m.

El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 8 g/h. Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 92 g/h. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 94% en peso. Un líquido blanco que se solidificó a temperatura ambiente se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo: aproximadamente 100% en peso, y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti estaba por debajo del límite de detección. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

Ejemplo 6

[Preparación de éster aromático de ácido carbónico]

Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y una conducción de transporte -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, un aducto con fenol de tetrámero de titanato de fenilo $[(\text{PhO})_3\text{-Ti-O-(Ti-(OPh)}_2\text{-O)}_2\text{-Ti-(OPh)}_3]$ (resultado del análisis de elementos: C = 65,2, H = 4,8, O = 17,6, Ti = 12,4; según el análisis de $^1\text{H-RMN}$, los grupos PhOH y PhO existen en una proporción de 4:10. En una molécula, hay 4 átomos de titanio y 3 átomos de oxígeno no derivados de los grupos PhOH y PhO, es decir, el número de puentes de átomos oxígeno es 3 y, por lo tanto, existen 3 enlaces Ti-O-Ti; peso molecular sin el aducto de fenol: 1170; presión de vapor: 1 Pa o menor a 230 °C) (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido) que comprendía carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, un aducto con fenol tetrámero de titanato de fenilo $[(\text{PhO})_3\text{-Ti-O-(Ti-(OPh)}_2\text{-O)}_2\text{-Ti-(OPh)}_3]$ (resultado del análisis de elementos: C = 65,2, H = 4,8, O = 17,6, Ti = 12,4; según el análisis de $^1\text{H-RMN}$, los grupos PhOH y PhO existen en una proporción de 4:10. En una molécula, hay 4 átomos de titanio y 3 átomos de oxígeno no derivados de los grupos PhOH y PhO, es decir, el número de puentes de átomos de oxígeno es 3 y, por lo tanto, existen 3 enlaces Ti-O-Ti; peso molecular sin el aducto de fenol: 1170; presión de vapor: 1 Pa o inferior a 230 °C) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro).

La parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla líquida se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h. Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9). El catalizador se disolvió en la fase líquida.

El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 23% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 56% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso y también el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 99% en peso, fenol: aproximadamente 0,5% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,2% en peso.

Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la

parte inferior de la etapa en la que se suministró la mezcla de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-.

El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continuamente hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4). El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 5% en peso, carbonato de butilfenilo aproximadamente 74% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 10% en peso, y el catalizador. El líquido retirado al tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso, fenol: aproximadamente 18% en peso, y carbonato de dibutilo: aproximadamente 81% en peso. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

[Purificación de carbonato de diarilo]

La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 100 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 20 g/h.

Después de retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 80 g/h. El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 86% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 7,5% en peso. La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 100 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m.

El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 8 g/h. Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 92 g/h. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 94% en peso. Un líquido blanco que se solidificó a temperatura ambiente se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo: aproximadamente 100% en peso, y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti estaba por debajo del límite de detección. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

Ejemplo 7

(Preparación del catalizador)

A un matraz de reacción equipado con un agitador, un termómetro, un dispositivo de calefacción y refrigeración y un

condensador de reflujo, se añadieron 3400g (10 mol) de tetra-n-butoxititanio y 1700 g de n-butanol y el líquido se enfrió a una temperatura de 0 °C a la vez que se mezcló bien. Manteniendo la temperatura del líquido a 0 °C, se añadió lentamente durante 1 hora una mezcla de 90 g (5 mol) de agua y 2000 g de n-butanol. Después de la adición, la temperatura se aumentó a 80 °C y se agitó durante 5 horas. El matraz se conectó a un evaporador rotatorio equipado con un controlador de vacío, bomba de vacío y baño de aceite para la calefacción después de haberse enfriado el líquido a temperatura ambiente (aproximadamente a 20 °C). Los componentes de bajo punto de ebullición se separaron por destilación mediante la reducción de la presión aproximadamente a 25 kPa manteniendo la temperatura del líquido a 80 °C. Cuando casi todos los destilados salieron, la temperatura se elevó lentamente hasta 230 °C y la presión se redujo aún más hasta 1 Pa, y después de confirmar que no había destilado, se añadió nitrógeno para retornar a la presión normal y la temperatura se devolvió a la temperatura ambiente (aproximadamente a 20 °C) para obtener aproximadamente 2750 g de un líquido viscoso amarillo pálido. Este líquido es un catalizador A. El resultado del análisis de elementos mostró que la composición es C: 52,3%, H: 9,9%, O: 20,4%, Ti: 17,4%, y existe un enlace Ti-O-Ti, ya que el número de átomos de oxígeno, excepto para el oxígeno derivado de BuO, era 1 contra 2 átomos de Ti. Por lo tanto, se presume que el catalizador A descrito anteriormente es una mezcla que contenía dímero de titanato de butilo [(BuO)₃-Ti-O-Ti (OBu)₃] como componente principal.

[Preparación de éster aromático de ácido carbónico]

Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y una conducción de transporte -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, el catalizador A (en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido, y este catalizador se disolvió en esta solución) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro).

La parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla líquida se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h. El catalizador se disolvió en el líquido de reacción. Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9).

El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 23% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 56% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso y también el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 99% en peso, fenol: aproximadamente 0,5% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,2% en peso.

Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que se suministró el líquido de reacción que contenía el catalizador de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-.

El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la

mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continuamente hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4). El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 5% en peso, carbonato de butilfenilo aproximadamente 74% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 10% en peso, y el catalizador. El líquido retirado al tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso, fenol: aproximadamente 18% en peso, y carbonato de dibutilo: aproximadamente 81% en peso. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

[Purificación de carbonato de diarilo]

La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 100 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 20 g/h.

Después de retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 80 g/h. El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 86% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 7,5% en peso. La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 100 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m.

El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 8 g/h. Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 92 g/h. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 94% en peso. Un líquido blanco que se solidificó a temperatura ambiente se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo: aproximadamente 100% en peso, y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti estaba por debajo del límite de detección. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

Ejemplo 8

(Preparación del catalizador)

A un matraz de reacción equipado con un agitador, un termómetro, un dispositivo de calefacción y refrigeración y un condensador de reflujo, se añadieron 3400g (10 mol) de tetra-n-butoxititanio y 1700 g de n-butanol y el líquido se enfrió a una temperatura de 0 °C a la vez que se mezcló bien. Manteniendo la temperatura del líquido a 0 °C, se añadió lentamente durante 1 hora una mezcla de 216 g (12 mol) de agua y 2000 g de n-butanol. Después de la adición, la temperatura se aumentó a 80 °C y se agitó durante 5 horas. El matraz se conectó a un evaporador rotatorio equipado con un controlador de vacío, bomba de vacío y baño de aceite para la calefacción después de haberse enfriado el líquido a temperatura ambiente (aproximadamente a 20 °C). Los componentes de bajo punto de ebullición se separaron por destilación mediante la reducción de la presión aproximadamente a 25 kPa manteniendo la temperatura del líquido a 80 °C. Cuando casi todos los destilados salieron, la temperatura se elevó lentamente hasta 230 °C y la presión se redujo aún más hasta 1 Pa, y después de confirmar que no había destilado, se añadió nitrógeno para retornar a la presión normal y la temperatura se devolvió a la temperatura ambiente (aproximadamente a 20 °C) para obtener aproximadamente 2320 g de un líquido viscoso amarillo pálido. Este líquido es un catalizador B. El resultado del análisis de elementos mostró que la composición es C: 48,3%, H: 9,1%, O:

21,9%, Ti: 20,7%, y el número de átomos de oxígeno puentes era de 5, ya que el átomo de oxígeno derivado de BuO era de 16,1, y hay 5 enlaces Ti-O-Ti. El peso molecular fue de 1390 y la presión de vapor fue de 1 Pa o inferior a 230 °C. Por lo tanto, se presume que el catalizador B descrito anteriormente es una mezcla que contenía hexámero de titanato de butilo $[(\text{BuO})_3\text{-Ti-O-(Ti}(\text{OBu})_2\text{-O)}_4\text{-Ti-(OBu)}_3]$ como componente principal.

5

[Preparación de éster aromático de ácido carbónico]

Se preparó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 1. La reacción se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua a una proporción aproximadamente de 109 g/h, a través de un precalentador -2- y una conducción de transporte -1-, de una solución mixta que comprende carbonato de dibutilo, fenol y, como catalizador, el catalizador B (la solución mixta en la que la proporción en peso de carbonato de dibutilo con respecto a fenol se ajustó aproximadamente a 65/35, y Ti como átomos se ajustó aproximadamente a 10.000 ppm de todo el líquido, y este catalizador se disolvió en esta solución) por la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, que estaba compuesta de una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro).

La parte de condensación estaba dispuesta en la parte inferior de la etapa en la que la mezcla líquida se suministró de forma continua, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. El calor necesario para la reacción y destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -10- y un intercambiador de calor ("reboiler") -11-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuera aproximadamente de 230 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de una conducción -10- hacia un tanque de almacenamiento -12- a 90 g/h. El catalizador se disolvió en el líquido de reacción. Después se retiró la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía 1-butanol como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -4-, y a continuación se licuó mediante un enfriador -5-, y una parte de éste se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -8- a 19 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 1,9).

El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -12- estaba compuesto por fenol: aproximadamente 23% en peso, carbonato de dibutilo: aproximadamente 56% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 12% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 0,2% en peso, 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso y también el catalizador. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -8- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 99% en peso, fenol: aproximadamente 0,5% en peso y carbonato de dibutilo: aproximadamente 0,2% en peso.

Después de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, la reacción se llevó a cabo utilizando una columna de destilación continua de etapas múltiples -15-. La columna de destilación continua de etapas múltiples -15-, tal como en el caso de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3-, está compuesta por una parte de condensación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 0,5 m de la longitud de la columna y rellena con 10 etapas de platos perforados, y una parte de recuperación, que tenía 2 pulgadas de diámetro interior, 1 m de la longitud de la columna y rellena con el relleno Dixon (6 mm de diámetro) y la parte de condensación se dispuso en la parte inferior de la etapa en la que se suministró el líquido de reacción que contenía el catalizador de forma continua desde el tanque de almacenamiento -12- a esta columna de destilación -15-, y la parte de recuperación estaba dispuesta en la parte superior. La reacción se llevó a cabo suministrando de forma continua a través de una conducción -13- el líquido de reacción, que se retiró de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -3- a través de la conducción -10- hacia el tanque de almacenamiento -12-, hacia la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a 100 g/h después del precalentamiento con un precalentador -14-.

El calor necesario para la reacción y destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -22- y un intercambiador de calor ("reboiler") -24-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 220 °C. El líquido de reacción se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -15- a través de la conducción -22- hacia un tanque de almacenamiento -24- a 17 g/h. Después de retirar la mezcla líquida de bajo punto de ebullición que contenía carbonato de dibutilo como subproducto de la parte superior de la columna a través de una conducción -16-, a continuación, se licuó mediante un enfriador -17-, y una parte de éste se retiró de forma continuamente hacia un tanque de almacenamiento -20- a 83 g/h y el resto se sometió a reflujo hacia la columna de destilación (proporción de reflujo = 4). El líquido retirado al tanque de almacenamiento -24- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 5% en peso, carbonato de butilfenilo aproximadamente 74% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 10% en peso, y el catalizador. El líquido retirado al tanque de almacenamiento -20- estaba compuesto por 1-butanol: aproximadamente 0,3% en peso, fenol: aproximadamente 18% en peso, y carbonato de dibutilo: aproximadamente 81% en peso. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

65

[Purificación de carbonato de diarilo]

La purificación de carbonato de diarilo se llevó a cabo con un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. La separación por destilación se llevó a cabo mediante el suministro de forma continua del líquido, que se retiró hacia el tanque de almacenamiento -24-, a través de una conducción -25- que pasa por un precalentador -26- aproximadamente a 100 g/h aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia de una columna de destilación continua de etapas múltiples -27-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 1 m. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36- aproximadamente a 20 g/h.

Después de retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33- aproximadamente a 80 g/h. El líquido retirado hacia tanque de almacenamiento -33- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 86% en peso, carbonato de difenilo: aproximadamente 7,5% en peso. La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido de forma continua, que se retiró de forma continua hacia el tanque de almacenamiento -33-, a través de una conducción -37- que pasa por un precalentador -38- aproximadamente a 100 g/h hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que era una columna rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) con un diámetro interior de 2 pulgadas y una longitud de 2m.

El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48- aproximadamente a 8 g/h. Después de ser retirado de la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44- aproximadamente a 92 g/h. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- estaba compuesto por carbonato de dibutilo: aproximadamente 6% en peso, carbonato de butil fenilo: aproximadamente 94% en peso. Un líquido blanco que se solidificó a temperatura ambiente se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -48- y contenía carbonato de difenilo: aproximadamente 100% en peso, y el carbonato de butil fenilo estaba por debajo del límite de detección. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti estaba por debajo del límite de detección. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

Ejemplo 9

(Preparación del catalizador)

A un matraz de reacción equipado con un agitador, un termómetro, un dispositivo de calefacción y refrigeración y un condensador de reflujo, se añadieron 3400g (10 mol) de tetra-n-butoxititanio y 1700 g de n-butanol y el líquido se enfrió a una temperatura de 0 °C a la vez que se mezcló bien. Manteniendo la temperatura del líquido a 0 °C, se añadió lentamente durante 1 hora una mezcla de 90 g (5 mol) de agua y 2000 g de n-butanol. Después de la adición, la temperatura se aumentó a 80 °C y se agitó durante 5 horas. El matraz se conectó a un evaporador rotatorio equipado con un controlador de vacío, bomba de vacío y baño de aceite para la calefacción después de haberse enfriado el líquido a temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C). Los componentes de bajo punto de ebullición se separaron por destilación mediante la reducción de la presión aproximadamente a 25 kPa manteniendo la temperatura del líquido a 80 °C. Cuando casi todos los destilados salieron, la temperatura se elevó lentamente hasta 230 °C y la presión se redujo aún más hasta 1 Pa, y después de confirmar que no había destilado, se añadió nitrógeno para retornar a la presión normal y la temperatura se devolvió a la temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C) para obtener aproximadamente 2750 g de líquido viscoso amarillo pálido. Este líquido es un catalizador A. El resultado del análisis de elementos mostró que la composición es C: 52,3%, H: 9,9%, O: 20,4%, Ti: 17,4%, y existe un enlace Ti-O-Ti, ya que el número de átomos de oxígeno, excepto para el oxígeno derivado de BuO, era 1 contra 2 átomos de Ti. Por lo tanto, se presume que el catalizador A descrito anteriormente es una mezcla que contenía dímero de titanato de butilo [(BuO)₃-Ti-O-Ti (OBu)₃] como componente principal.

A este matraz, se volvió a unir el agitador, el termómetro, el dispositivo de calefacción y refrigeración y el condensador de reflujo y se calentó el líquido a 80 °C a la vez que se agitaba. Manteniendo la temperatura del líquido a 80 °C, se añadieron lentamente 4700 g (50 mol) de fenol destilado y deshidratado. Después de la adición, el líquido se calentó a 180 °C y se evaporaron los componentes de bajo punto de ebullición. Cuando casi no hubo destilado, la temperatura del líquido se elevó lentamente hasta 230 °C para eliminar aún más los destilados. El matraz se conectó al controlador de vacío y la bomba de vacío, la presión se redujo lentamente a 1 Pa y se

eliminaron los destilados. A continuación, el matraz se retiró del baño de aceite, se enfrió a temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C) y la presión en el interior del matraz se devolvió a la normalidad mediante nitrógeno. Se obtuvo una sustancia sólida aproximadamente de 4300 g con color rojo anaranjado. Este fue el catalizador C. El resultado del análisis de elementos mostró que la composición es C: 64,5%, H: 4,5%, O: 16,7%, Ti: 14,3%. Se presume que el catalizador C descrito anteriormente es una mezcla que contenía aducto de fenol de titanato de fenilo dímero [(PhO)₃-Ti-O-Ti (OPh)₃.2PhOH] como componente principal.

[Preparación de éster aromático de ácido carbónico]

Se suministró de forma continua una mezcla que comprende de carbonato de dimetilo, fenol y, como catalizador, el catalizador C como un líquido desde una conducción de entrada -50- a través de un precalentador -51- en la ubicación a 1 m desde la parte superior de una columna de destilación de etapas múltiples -49-, tal como se muestra en la figura 3, que estaba compuesta de una columna rellena de 4 m de altura y 3 pulgadas de diámetro interior rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) de acero inoxidable. El calor requerido para la reacción y destilación se suministró calentando el líquido en la parte inferior de la columna mediante el intercambiador de calor ("reboiler") (alimentación de líquido desde la conducción de entrada -50-: 3,4 kg/h; composición de la alimentación de líquido: DMC = aproximadamente 68,3% en peso, PhOH = 33,7% en peso, catalizador C = 13,5 mmol/kg). La temperatura en la parte inferior de la columna fue aproximadamente de 201 °C, la presión en la parte superior de la columna fue aproximadamente de 800 kPa, la proporción de reflujo fue aproximadamente de 1. Como resultado de la reacción, el líquido que contenía el componente del catalizador y carbonato de metil fenilo y carbonato de difenilo, que eran productos de la reacción, se obtuvieron desde la parte inferior -53- de la columna a través de las conducciones -58- y -60-. El gas destilado desde una conducción -54- dispuesta en la parte superior -52- de la columna se condensó mediante un condensador -55-. Una parte del líquido condensado se sometió a reflujo hacia una columna de destilación -49- a través de una conducción de entrada -56-, y el resto se retiró desde una conducción -57-. A partir de este líquido condensado se obtuvo un producto de bajo punto de ebullición, metanol. La cantidad de líquido retirado de la conducción -60- (composición líquida promedio: carbonato de metil fenilo = 50 g/kg/h, carbonato de difenilo = 0,4 g/kg/h) fue de 2,3 kg/h. No se encontró ningún depósito o similares en la columna de destilación en la inspección.

[Purificación de carbonato aromático]

Se purificó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. El dispositivo era una columna de destilación de etapas múltiples continua que estaba compuesto por una columna con diámetro interior de 2 pulgadas y 1 m de altura, rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro). La separación por destilación se llevó a cabo suministrando el líquido retirado de la conducción -60- mencionada anteriormente, de forma continua a un flujo aproximadamente de 100 g/h, a través de una conducción -25- y un precalentador -26-, a una columna de destilación continua de etapas múltiples -27- en la ubicación aproximadamente de 0,1 m por encima de la etapa intermedia. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se eliminó de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36-. Después de retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33-. La separación por destilación se llevó a cabo alimentando el líquido, que se retiró de forma continua desde el tanque de almacenamiento -33-, de forma continua a un flujo de aproximadamente 100 g/h, a través de una conducción -37- y un precalentador -38-, hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que estaba compuesta de una columna con diámetro interior de 2 pulgadas y 2 m de altura, rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro). El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48-. Después de ser retirado desde la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44-. El líquido retirado hacia el tanque de almacenamiento -44- contenía carbonato de metil fenilo aproximadamente a 94% en peso. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti estaba por debajo del límite de detección. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

Ejemplo Comparativo 5

Se purificó carbonato aromático tal como en el ejemplo 9 excepto que el catalizador se cambió de catalizador C a fenoxi titanato [Ti (OPh)₄] (peso molecular: 420, presión de vapor: aproximadamente de 15 Pa a 230 °C). La cantidad del líquido (composición promedio: metil fenil carbonato = 50 g/kg/h, difenil carbonato = 0,4 g/kg/h) retirada de la conducción -60- fue aproximadamente de 2,3 kg/h. El líquido retirado al tanque de almacenamiento -44- contenía metil fenil carbonato: aproximadamente 94% en peso. El análisis del líquido indicó que se detectó Ti a 9 ppm. La

inspección de la parte interior de la columna reveló depósitos blancos en la pared de la columna de destilación y el relleno.

Ejemplo 10

5 (Preparación del catalizador)

A un matraz de reacción equipado con un agitador, un termómetro, un dispositivo de calefacción y refrigeración y un condensador de reflujo, se añadieron 3400g (10 mol) de tetra-n-butoxititanio y 1700 g de n-butanol y el líquido se enfrió a una temperatura de 0 °C a la vez que se mezcló bien. Manteniendo la temperatura del líquido a 0 °C, se añadió lentamente durante 1 hora una mezcla de 90 g (5 mol) de agua y 2000 g de n-butanol. Después de la adición, la temperatura se aumentó a 80 °C y se agitó durante 5 horas. El matraz se conectó a un evaporador rotatorio equipado con un controlador de vacío, bomba de vacío y baño de aceite para la calefacción después de haberse enfriado el líquido a temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C). Los componentes de bajo punto de ebullición se separaron por destilación mediante la reducción de la presión aproximadamente a 25 kPa manteniendo la temperatura del líquido a 80 °C. Cuando casi todos los destilados salieron, la temperatura se elevó lentamente hasta 230 °C y la presión se redujo aún más hasta 1 Pa, y después de confirmar que no había destilado, se añadió nitrógeno para retornar a la presión normal y la temperatura se devolvió a la temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C) para obtener aproximadamente 2750 g de líquido viscoso amarillo pálido. Este líquido es un catalizador A. El resultado del análisis de elementos mostró que la composición es C: 52,3%, H: 9,9%, O: 20,4%, Ti: 17,4%, y existe un enlace Ti-O-Ti, ya que el número de átomos de oxígeno, excepto para el oxígeno derivado de BuO, era 1 contra 2 átomos de Ti. Por lo tanto, se presume que el catalizador A descrito anteriormente es una mezcla que contenía dímero de titanato de butilo [(BuO)₃-Ti-O-Ti (OBu)₃] como componente principal.

A este matraz, se volvió a unir el agitador, el termómetro, el dispositivo de calefacción y refrigeración y el condensador de reflujo y se calentó el líquido a 80 °C a la vez que se agitaba. Manteniendo la temperatura del líquido a 80 °C, se añadieron lentamente 4700 g (50 mol) de fenol destilado y deshidratado. Después de la adición, el líquido se calentó a 180 °C y se evaporaron los componentes de bajo punto de ebullición. Cuando casi no hubo destilado, la temperatura del líquido se elevó lentamente hasta 230 °C para eliminar aún más los destilados. El matraz se conectó al controlador de vacío y la bomba de vacío, la presión se redujo lentamente a 1 Pa y se eliminaron los destilados. A continuación, el matraz se retiró del baño de aceite, se enfrió a temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C) y la presión en el interior del matraz se devolvió a la normalidad mediante nitrógeno. Se obtuvo una sustancia sólida aproximadamente de 4300 g con color rojo anaranjado. Este fue el catalizador C. El resultado del análisis de elementos mostró que la composición es C: 64,5%, H: 4,5%, O: 16,7%, Ti: 14,3%. Se presume que el catalizador C descrito anteriormente es una mezcla que contenía aducto de fenol de titanato de fenilo dímero [(PhO)₃-Ti-O-Ti (OPh)₃.2PhOH] como componente principal.

[Preparación de éster aromático de ácido carbónico]

Se suministró de forma continua una mezcla que comprende de carbonato de metil fenilo (MPC) y el catalizador como un líquido desde una conducción de entrada -62- a través de un precalentador -63- en la ubicación a 1 m desde la parte superior de una columna de destilación de etapas múltiples -61-, tal como se muestra en la figura 4, que estaba compuesta de un dispositivo de control de presión -68- y una columna rellena de 4 m de altura y 3 pulgadas de diámetro interior rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro) de acero inoxidable, y la reacción se llevó a cabo mediante el calentamiento con el intercambiador de calor ("reboiler") (suministro de líquido de la conducción de entrada -62-: 4,2 kg/h; composición de la alimentación de líquido: MPC = aproximadamente 99% en peso, catalizador C = 12,5 mmol/kg). La temperatura en la parte inferior de la columna fue aproximadamente de 195 °C, la presión en la parte superior de la columna fue aproximadamente de 30 kPa, la proporción de reflujo fue de aproximadamente 2,1. Como resultado de la reacción, el líquido que contenía carbonato de difenilo, que era el producto de la reacción, se obtuvo de la parte inferior -65- de la columna de destilación continua de etapas múltiples a través de la salida -70- del líquido de la parte inferior de la columna. El gas destilado desde una salida de gas -66- dispuesto en la parte superior -64- de la columna se condensó mediante un condensador -67-. Una parte del líquido condensado se sometió a reflujo, y el resto se retiró desde una salida -69- del líquido condensado. A partir de este líquido condensado se obtuvo un subproducto, carbonato de dimetilo. A partir del líquido retirado de la conducción -70-, se obtuvo carbonato de difenilo a una proporción de 705 g/kg/h. No se encontró ningún depósito o similares en la columna de destilación en la inspección.

[Purificación de carbonato aromático]

Se purificó carbonato aromático utilizando un dispositivo tal como se muestra en la figura 2. El dispositivo era una columna de destilación de etapas múltiples continua que estaba compuesto por una columna con diámetro interior de 2 pulgadas y 1 m de altura, rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro). La separación por destilación se llevó a cabo alimentando el líquido retirado de la conducción -60- mencionada anteriormente, de forma continua a un flujo aproximadamente de 100 g/h, a través de una conducción -25- y un precalentador -26-, a una columna de destilación continua de etapas múltiples -27- en la ubicación de aproximadamente 0,1 m por encima de la etapa intermedia. El calor necesario para la separación por destilación fue suministrado haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -34- y un intercambiador de calor ("reboiler") -35-, y la

temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 210 °C. El líquido de la parte inferior se eliminó de forma continua de la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -27- a través de la conducción -34- hacia un tanque de almacenamiento -36-. Después de retirar de la parte superior de la columna a través de la conducción -28-, el destilado se licuó mediante un enfriador -29- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -33-. La separación por destilación se llevó a cabo alimentando el líquido, que se retiró de forma continua desde el tanque de almacenamiento -33-, de forma continua a un flujo de aproximadamente 100 g/h, a través de una conducción -37- y un precalentador -38-, hacia la etapa intermedia de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39-, que se compone de una columna con diámetro interior de 2 pulgadas y 2 m de altura, rellena con relleno Dixon (6 mm de diámetro). El calor necesario para la separación por destilación se suministró haciendo circular el líquido en la parte inferior de la columna a través de una conducción -46- y un intercambiador de calor ("reboiler") -47-, y la temperatura en la parte inferior de la columna de destilación de etapas múltiples se controló para que fuese aproximadamente de 230 °C. El líquido de la parte inferior se retiró de forma continua desde la parte inferior de la columna de destilación continua de etapas múltiples -39- a través de la conducción -46- hacia un tanque de almacenamiento -48-. Después de ser retirado desde la parte superior de la columna a través de la conducción -40-, el destilado se licuó mediante un enfriador -41- y se retiró de forma continua hacia un tanque de almacenamiento -44-. Se retiró de forma continua un líquido blanco que se solidificaba a temperatura ambiente hacia un tanque de almacenamiento -48-, y dicho líquido era carbonato de difenilo, aproximadamente 100% en peso. El análisis del líquido indicó que el contenido de Ti estaba por debajo del límite de detección. No se encontraron depósitos o similares en la columna de destilación en la inspección.

Ejemplo Comparativo 6

Se purificó carbonato aromático tal como en el Ejemplo 10, excepto que el catalizador se cambió de catalizador C a aducto de fenol o fenoxititanato $[Ti(Oph)_4 \cdot 2PhOH]$ (peso molecular del aducto de fenol: 420, presión de vapor: aproximadamente 15 Pa a 230 °C (el líquido suministrado desde la conducción de entrada -62-: 4,2 kg/h; composición del líquido suministrado: MPC = aproximadamente 99% en peso, catalizador C = 12,5 mmol/kg). La temperatura en la parte inferior de la columna era de aproximadamente 195 °C, la presión en la parte superior de la columna era de aproximadamente 30 kpa, y la proporción de reflujo fue de aproximadamente 2,1. Se extrajo de forma continua del tanque de almacenamiento -48- un líquido blanco que se solidificaba a temperatura ambiente y éste era carbonato de difenilo, aproximadamente 100% en peso. El análisis del líquido indicó que se detectó Ti a 5 ppm. La inspección del interior de la columna reveló depósitos blancos sobre la pared de la columna de destilación y el relleno.

Ejemplo 11 (el policarbonato se obtuvo a partir del carbonato de difenilo preparado mediante el procedimiento de preparación en el Ejemplo 1)

Carbonato de difenilo obtenido en el ejemplo 1: se colocaron 23,5 g y bisfenol A: 22,8 g en un reactor de vacío equipado con un agitador y se polimerizó a 8.000 Pa durante 30 minutos y 4.000 Pa durante 90 minutos a la vez que se purgó con gas nitrógeno. A continuación, se aumentó la temperatura a 270 °C y se continuó la polimerización a 70 Pa durante 1 hora. El policarbonato aromático obtenido de esta manera era transparente sin coloración y de buena calidad. El peso molecular promedio en número fue de 10.500.

Ejemplo Comparativo 7 (el policarbonato se obtuvo a partir del carbonato de difenilo preparado mediante el procedimiento de preparación en el Ejemplo Comparativo 1)

Carbonato de difenilo obtenido en el ejemplo 2: se colocaron 23,5 g y bisfenol A: 22,8 g en un reactor de vacío equipado con un agitador y se polimerizó a 8.000 Pa durante 30 minutos y 4.000 Pa durante 90 minutos a la vez que se purgó con gas nitrógeno. A continuación, se aumentó la temperatura a 270 °C y se continuó la polimerización a 70 Pa durante 1 hora. El policarbonato aromático obtenido de esta manera era de color rojo y el peso molecular promedio en número fue de 9800.

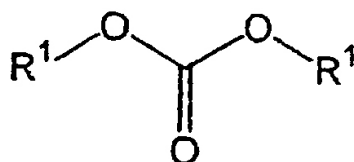
Aplicación industrial

Según la presente invención, se puede preparar carbonato de diarilo de alta pureza con un catalizador que se elimina fácilmente cuando se prepara el carbonato aromático mediante transesterificación de un material de partida y un reactivo en presencia de un catalizador que contenía un metal, a la vez que se separa por destilación el subproducto de alcohol y/o subproducto de carbonato de dialquilo fuera del sistema de reacción. Un policarbonato aromático preparado por transesterificación que comprende carbonato de diarilo preparado mediante el procedimiento de la presente invención no contiene colorantes y tiene una alta calidad.

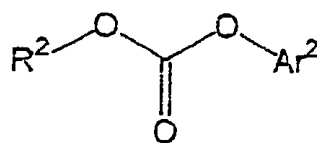
REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para preparar un carbonato aromático, que comprende hacer reaccionar un material de partida seleccionado del grupo que comprende un carbonato de dialquilo representado por la siguiente fórmula (1), un carbonato de alquilarilo representado por la siguiente fórmula (2) y una mezcla de los mismos con un reactivo seleccionado del grupo que comprende un compuesto monohidroxi aromático representado por la siguiente fórmula (3), un carbonato de alquilarilo representado por la siguiente fórmula (4) y una mezcla de los mismos en presencia de un catalizador que contiene metal, con eliminación por destilación de los subproductos de alcoholes y/o los subproductos de carbonatos de dialquilo hacia el exterior del sistema de reacción, preparando de esta manera un carbonato aromático representado por la siguiente fórmula (5) y/o la siguiente fórmula (6) que se corresponden con el material de partida y el reactivo,

en el que el catalizador que contiene metal es una composición de polititanoxano orgánico con un peso molecular de 480 o más que comprende, como mínimo, dos átomos de titanio y está disuelto en una fase líquida en el sistema de reacción o está presente en forma de líquido durante la reacción,



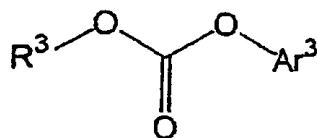
(1)



(2)

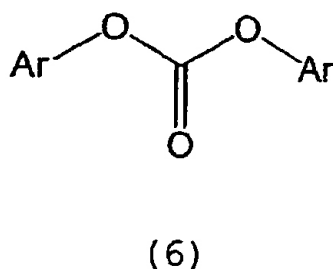
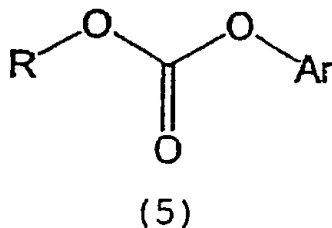


(3)



(4)

20 en las que R^1 , R^2 y R^3 en las fórmulas (1) a (4) representan de forma independiente un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un grupo alicíclico que tiene de 3 a 10 átomos de carbono o un grupo aralquilo que tiene de 6 a 10 átomos de carbono y Ar^1 , Ar^2 y Ar^3 representan de forma independiente un grupo aromático que tiene 5 a 30 átomos de carbono), y



(en las que R y Ar en las fórmulas (5) y (6) se seleccionan cada uno entre R¹, R², R³, Ar¹, Ar² y Ar³ del material de partida y reactivo correspondientes).

- 5
2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que dicha composición de polititanoxano orgánico contiene, como mínimo, un grupo alcoxi y/o un grupo ariloxi como grupo orgánico.
- 10
3. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que dicha composición de polititanoxano orgánico se obtiene mediante una reacción de policondensación, como mínimo, de un material de partida seleccionado del grupo que comprende tetraalcoxítitanio, tetrahalotitanio (TiX₄: X se selecciona entre Cl y Br) e hidróxido de titanio.
- 15
4. Procedimiento, según la reivindicación 3, en el que dicha composición de polititanoxano orgánico se obtiene mediante la realización de forma secuencial o de forma simultánea dos etapas de:
- 1) preparación de un producto parcialmente hidrolizado mediante la hidrólisis parcial de tetraalcoxítitanio y
- 2) separación por destilación un componente de bajo punto de ebullición generado, incluyendo alcohol, del producto parcialmente hidrolizado y someter el producto a policondensación.
- 20
5. Procedimiento, según la reivindicación 3, en el que dicha composición de polititanoxano orgánico se obtiene sometiendo el tetraalcoxítitanio a calentamiento, deseterificación y policondensación.
- 25
6. Procedimiento, según la reivindicación 3, en el que dicha composición de polititanoxano orgánico se obtiene mediante la realización de forma secuencial o de forma simultánea dos etapas de:
- 1) preparación de un producto parcialmente hidrolizado mediante la hidrólisis parcial de tetraalcoxítitanio y
- 2) separación por destilación de un componente de bajo punto de ebullición del producto parcialmente hidrolizado y someter el producto a policondensación y
- 3) hacer reaccionar el producto resultante con alcohol, eliminar HX del mismo y alcoxilar el mismo.
- 30
7. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2 a 6, en el que dicha composición polititanoxano se utiliza como tal o después del intercambio de grupos alcoxi mediante la reacción de la composición con una composición que contiene, como mínimo, un miembro seleccionado entre alcohol, un compuesto hidroxilo aromático y éster de ácido carbónico.
- 35
8. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2 a 7, en el que dicho compuesto que contiene titanio contiene, como mínimo, dos átomos de Ti en una molécula.
- 40
9. Procedimiento, según la reivindicación 8, en el que dicho compuesto que contiene titanio contiene de 2 a 6 átomos de Ti en una molécula.
10. Procedimiento, según la reivindicación 8, en el que dicho compuesto que contiene titanio contiene, como mínimo, un enlace Ti-O-Ti en una molécula.

11. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que dicho catalizador que contiene metal tiene una presión de vapor a 230 °C de 10 Pa o inferior.
- 5 12. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2 a 11, en el que dicho catalizador que contiene metal se utiliza en una proporción de 0,0001 a 30% en peso basado en el peso total de dicho material de partida y dicho reactivo.
- 10 13. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2 a 12, en el que dicho compuesto hidroxí aromático es fenol.

FIG.1

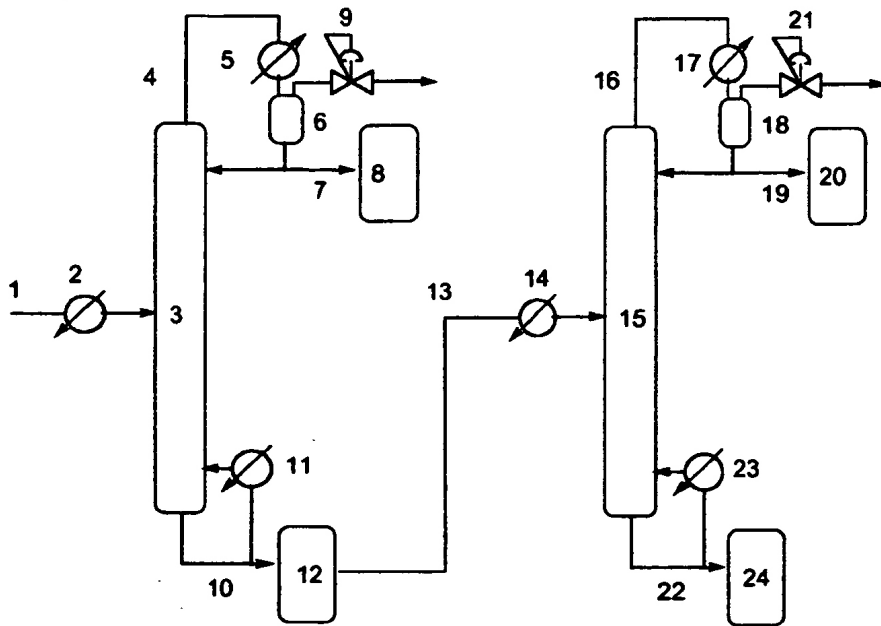


FIG.2

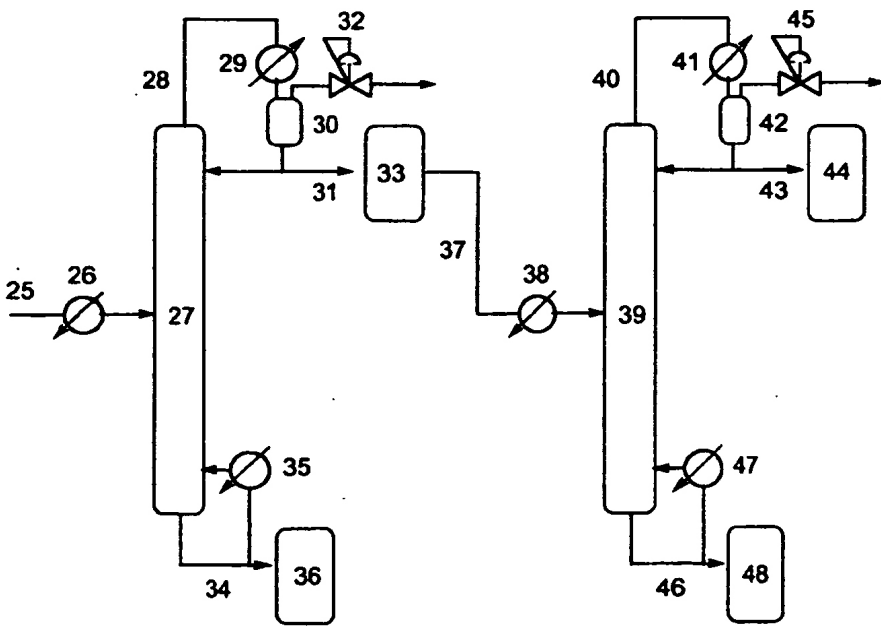


FIG.3

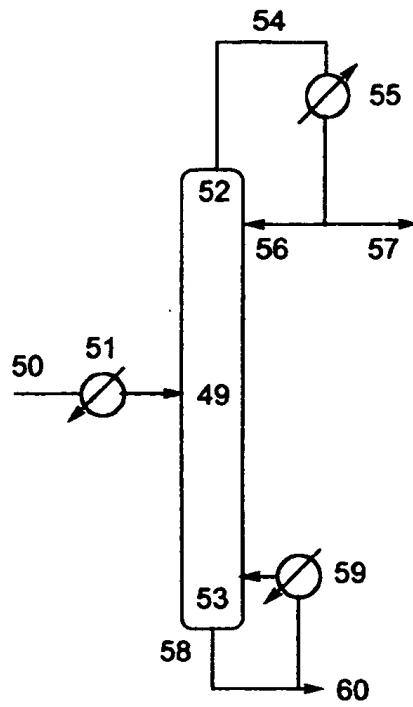


FIG.4

