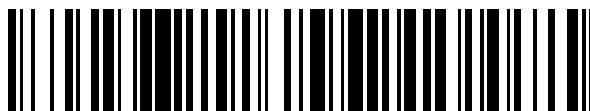


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 464 843**

51 Int. Cl.:

C07C 2/46

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.09.2005 E 05784695 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.03.2014 EP 1843994**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de trimetilciclododecatrieno utilizando un catalizador de titanio**

30 Prioridad:

11.11.2004 DE 102004054477

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

04.06.2014

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**KUPPERT, DIRK;
HERWIG, JÜRGEN;
WILCZOK, NORBERT;
VÖLKEL, ANITA y
THIERY, MANFRED**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 464 843 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 preparación de trimetilciclododecatrieno utilizando un catalizador de titanio

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento continuo y discontinuo para la preparación de trímeros de isopreno cíclicos, es decir, 1,5,9- y 1,6,9-trimetilciclododeca-(1,5,9)-trieno (TMCDT) utilizando un sistema catalizador que contiene titanio. Además, la presente invención comprende el procedimiento antes mencionado, en el que de la mezcla de reacción se puede aislar adicionalmente 1,5- y/o 1,6-dimetilciclooctadieno (DMCOD).
- 10 Un gran número de patentes y publicaciones se ocupa de procedimientos o bien intentos para la preparación de cíclicos dímeros y trímeros de dienos conjugados, en particular butadieno.
- En contraposición a butadieno, la dimerización y trimerización de isopreno, p. ej., la transformación en dimetilvinilciclohexeno y dimetilciclooctadieno, se han investigado relativamente poco. La síntesis de
- 15 trimetilciclododecatrieno a partir de isopreno se ha investigado poco hasta la fecha. Se informó sobre el empleo de sistemas de catalizadores que contienen titanio o también níquel.
- La formación de trimetilciclododecatrieno en presencia de un catalizador de titanio se ha descrito, por ejemplo, en el documento JP 2003064001. En este caso, la reacción se llevó a cabo usando un sistema de catalizador a base de
- 20 tetracloruro de titanio, 4,4'-diclorobenzofenona, dimetilsulfóxido y sesquicloruro de dietilaluminio a una temperatura de 40 °C. Después de finalizada la reacción, la mezcla se combinó con MeONa/MeOH y se lavó con citrato trisódico acuoso con el fin de separar el titanio y aluminio de la mezcla de reacción orgánica. La presencia de DMSO de alto punto de ebullición como aditivo es desventajosa para un proceso industrial, ya que tiene que ser separado de nuevo de la mezcla de reacción.
- 25 El documento DE 2833367 describe la preparación de TMCDT usando un catalizador, preparado a partir de un compuesto de titanio trivalente, de un compuesto de organoaluminio, un compuesto con contenido en oxígeno tal como, p. ej., compuestos de carbonilo o de éter, y un componente adicional que contiene azufre o una función nitrilo. El empleo de un compuesto de titanio trivalente es desventajoso para los procesos industriales, ya que estos compuestos son muy sensibles a la humedad y, por lo tanto, son difíciles de manipular y son fácilmente desactivables. Además, en todos los ejemplos se informó sobre la formación de productos secundarios poliméricos por polimerización de isopreno,
- 30 a pesar de que no se indicó la cantidad. La formación de tales productos secundarios poliméricos debería mantenerse lo más baja posible, ya que con ello se reduce el rendimiento de TMCDT.
- El documento FR 1393071 describe la formación de TMCDT con titanio y aluminio como un sistema de catalizador. En calidad de catalizador de titanio se utilizó $Ti(OR)_4$, en donde R es un radical alquilo C_3-C_4 alifático, en calidad de catalizador de aluminio se utilizó AlR'_2X o AlR'_2X , en donde R' es un radical alquilo C_1-C_{18} de cadena lineal o ramificado o un radical cicloalquilo C_1-C_6 o un radical aralquilo C_1-C_{10} , y X es igual a Cl o Br. La reacción descrita en el documento
- 35 FR1393071 requiere tiempos de reacción muy largos de 18 h y, por lo tanto, no adecuados para aplicaciones industriales. Además, en el documento de patente francés no se indican rendimientos.
- 40 En el documento DE 1 050 333 se utiliza un catalizador basado en titanio sin la adición de aditivos tal como, por ejemplo, compuestos con contenido en azufre o nitrógeno. Se alcanzaron tiempos de reacción de 12 h con rendimientos de 45-50% de TMCDT. Por consiguiente, este procedimiento requiere también de tiempos de reacción demasiado largos.
- 45 En Ind. Eng. Chem. Res. Dev., Vol. 18, N° 4, (1979) página 254 únicamente se menciona la síntesis de TMCDT a partir de isopreno utilizando un catalizador de titanio. No se describen detalles ni rendimientos experimentales claros. Asimismo se describe la formación de dímeros de C_{10} de isopreno tal como, por ejemplo, 2,4-dimetil-4-vinilciclohexeno-1 y el 2,6-dimetilciclooctatrieno-1,3,6 lineal en función de la adición de éteres cíclicos a la mezcla de reacción. Se observó que el rendimiento de dímero aumenta cuando aumenta la basicidad de Lewis de los donantes con contenido en oxígeno. En dicha publicación se describe asimismo la reacción catalizada con níquel de isopreno para dar TMCDT y DMCOD en presencia de fosfinas o fosfitos, sin mencionar detalles experimentales.
- 50 En los documentos JP 7456950, JP 7698242 y JP 7456951 se dan a conocer sistemas catalizados con níquel. No se mencionó la reacción, catalizada con titanio, de isopreno para dar TMCDT.
- El documento US 3.804.913 y el documento US 3.429.940 dan a conocer meramente el empleo de catalizadores de cromo en la conversión de isopreno en TMCDT. El rendimiento de estas reacciones se encontraba en 32 a 50%. Sistemas a base de cromo presentan la desventaja de una alta toxicidad.
- 60 En Bull. Chem. Soc. Jpn. 1978, 1158 se describe un sistema catalizado con níquel, en el que los rendimientos ascendieron únicamente a 7,2%.

El documento DE 1140569 da a conocer la formación de dímeros y trímeros de 1,3-diolefinas por medio de sistemas de catalizador de níquel o cobalto. Los sistemas de catalizador contienen, además, compuestos organometálicos, así como compuestos con propiedades donantes de electrones. Conforme al documento DE 1140569, la relación de dímero a trímero puede ser influenciada por la elección de parámetros de reacción adecuados. En el caso de isopreno como 1,3-diolefina, se observó en el documento DE 1140569 casi exclusivamente la formación de 2,6-dimetilciclooctadieno-(1,5) y 2,5-dimetilciclooctadieno-(1,5) (véase el Ejemplo 52). En el Ejemplo 64, el rendimiento de TMCDT era asimismo de sólo 18,1%. El procedimiento conforme al documento DE 1140569 requiere el empleo de disolventes absolutos, lo cual va ligado a una considerable complejidad técnica y, por consiguiente a inconvenientes económicos.

En la trimerización a gran escala de butadieno para dar ciclododecatrieno (CDT) se utilizan catalizadores homogéneos, llevándose a cabo la reacción en un proceso continuo en una o varias calderas agitadas. En este caso, partes de la mezcla de reacción se retiran continuamente de la mezcla de reacción. Durante el tratamiento, se recupera material de partida que no ha reaccionado y se aporta de nuevo al circuito junto con butadieno de nueva aportación. Partes de catalizador se separan asimismo de la mezcla de reacción en el curso de la retirada. Con ello disminuye la concentración del catalizador en la mezcla de reacción y debe de ser reemplazado por catalizador de nueva aportación con el fin de mantener constante la concentración de catalizador.

Antes del tratamiento del material retirado del reactor, el catalizador retirado tiene que ser destruido. Para ello se utiliza una pluralidad de disolventes polares. Junto a agua, Ube Industries utiliza, p. ej., disoluciones de hidróxido de amonio (documentos JP 05-070377, JP 06-25438). Asimismo se pueden utilizar diversos alcoholes (documento JP 07-625439, JP 07-625396). En particular, preferiblemente pasan a emplearse metanol (documento JP 07-442496) y metanol/HCl (documento DE 19 42 729).

La descomposición del catalizador también se puede llevar a cabo por medio de acetona (documento JP 04-301345) o por medio de una suspensión de óxido de calcio en agua (documento NL 6 603 264). Ube Industries informó, además, que el rendimiento de CDT disminuye cuando se utiliza agua para la descomposición del catalizador.

Partiendo de la técnica anterior antes mencionada era, por lo tanto, misión de la presente invención habilitar un procedimiento para la preparación de trimetilciclododecatrieno (TMCDT) con altos rendimientos y una pequeña cantidad de productos secundarios polímeros. Otra misión consistía en habilitar un procedimiento en el que la cantidad de dímeros C₁₀, p. ej. dimetilvinilciclohexeno en el caso de un sistema catalizado por titanio, es baja. Finalmente, otra misión consistía en habilitar un procedimiento que permita, en el caso de sistemas catalizados, aislar, junto a altas cantidades de TMCDT, también dimetilciclooctadieno.

Estas y otras misiones no explícitamente mencionadas así como su solución se explican en detalle mediante la descripción que sigue así como las reivindicaciones.

Se ha encontrado ahora, sorprendentemente, que complejos de metales de transición de titanio pueden trimerizar isopreno con una alta selectividad para dar TMCDT. Con el fin de poder alcanzar esta alta selectividad, es necesario utilizar amoníaco y un sistema disolvente adecuado. Además, se ha encontrado que la temperatura de reacción, en el caso de sistemas catalizados por titanio, debería estar por debajo de 80°C.

Por lo tanto, objeto de la invención es un procedimiento para la preparación de TMCDT a partir de isopreno en presencia de un sistema de catalizador, procedimiento que se define por las reivindicaciones 1 a 16 y se especifica con mayor detalle mediante la descripción que sigue. Objeto de la presente invención es, en particular, un procedimiento continuo y/o discontinuo para la preparación de trimetilciclododecatrieno, mediante reacción de isopreno en presencia de un disolvente, de al menos un sistema de catalizador que contiene níquel y/o titanio, así como al menos un compuesto organometálico para dar un trimetilciclododecatrieno bruto,

caracterizado por que

- se añade amoníaco,
- antes de la adición del componente de catalizador, el disolvente contiene 10 -1000 ppm de un componente polar de la fórmula general HO-R, en donde R se selecciona del grupo que consiste en alquilo C₁-C₁₈ ramificado y no ramificado, cicloalquilo C₁-C₁₈, arilo C₁-C₁₈, aralquilo C₁-C₁₈ y H, y
- por que la temperatura de reacción, en el caso de un sistema de catalizador que contiene titanio, es menor que o igual a 80°C.

Asimismo objeto de la presente invención es un procedimiento en el que a partir de la mezcla de reacción se puede aislar, junto a TMCDT, también DMCOD.

Mezclas de sustancias obtenibles mediante el procedimiento de acuerdo con la invención se caracterizan por que la relación de trimetilciclododecatrieno a oligómeros C₁₅ lineales del isopreno - determinados mediante cromatografía de gases (columna DB1) - es mayor que o igual a 10:1, preferiblemente mayor que 15:1, más preferiblemente mayor que 20 a 1. Además, se prefiere la relación de dimetilciclododecatrieno a oligómeros C₁₅ lineales menor que 60:1, y de

manera más particularmente preferida, menor que 50:1. Estas mezclas de sustancias pueden contener, en el caso de titanio como catalizador, preferentemente cis,trans,trans-TMCDT.

5 Como se confirma en lo que sigue, el procedimiento de acuerdo con la invención permite la preparación de trímeros del isopreno, en particular 1,5,9- y 1,6,9-trimetilciclododeca-1,5,9-trieno (TMCDT), con una alta selectividad y altos rendimientos, requiriéndose tiempos de reacción muy cortos. Además, mediante el procedimiento de acuerdo con la invención se pudo reducir la cantidad de productos secundarios poliméricos. Finalmente, el procedimiento de acuerdo con la invención conduce a mezclas de productos, en donde la relación de TMCDT a oligómeros C₁₅ lineales está optimizada, es decir, es $\geq 10:1$, de manera preferida $\geq 15:1$, de manera particularmente preferida $\geq 20:1$.

10 Materiales de partida para los sistemas de catalizador del procedimiento de acuerdo con la invención son preferiblemente compuestos de titanio (IV). Particularmente preferido es tetracloruro de titanio.

15 La reacción se lleva a cabo a concentraciones de catalizador de 0,01 a 40 mmol/l, preferiblemente de 0,05 a 10 mmol/l, basado en titanio.

20 Los compuestos organometálicos contienen al menos un elemento de los grupos principales 1° a 3° de la Tabla Periódica de los Elementos, preferiblemente aluminio. Se da preferencia particular a etoxidietilaluminio y sesquicloruro de etilaluminio.

25 En el caso de las reacciones catalizadas por titanio, la relación molar de titanio a compuesto organometálico es de 1:10 a 1:60, preferiblemente de 1:10 a 1:40. La temperatura de reacción es menor que o igual a 80°C, preferiblemente de 20 a 80°C, de manera particularmente preferida 30-70°C.

30 Amoníaco se puede añadir como una sustancia pura o en forma de disoluciones acuosas. La relación de amoníaco a compuesto de titanio se selecciona preferiblemente de manera que la relación molar de titanio a amoníaco se encuentre en el intervalo de 1:3 a 1:60, de manera particularmente preferida de 1:5 a 1:20.

35 Los disolventes utilizados en el procedimiento de acuerdo con la invención comprenden disolventes saturados e insaturados, disolventes apróticos no polares, hidrocarburos alifáticos y aromáticos, así como mezclas de los mismos. Ejemplos no limitantes de los mismos son tolueno, benceno, xileno, hexanos, octanos, ciclohexanos, ciclooctanos, ciclooctadienos y mezclas de los mismos. El disolvente tiene una concentración de 10 a 95 por ciento en peso en la mezcla al final de la reacción, o durante la reacción cuando la reacción se lleva a cabo de forma continua. El disolvente tiene que contener una pequeña cantidad de un componente polar de la fórmula general HO-R, eligiéndose R del grupo que se compone de alquilo C₁-C₁₈ en ramificado y no ramificado, cicloalquilo C₁-C₁₈, arilo C₁-C₁₈, aralquilo C₁-C₁₈ y H, pudiendo estar reemplazados los átomos de carbono de los radicales alquilo, cicloalquilo, arilo y aralquilo por un heteroátomo, en particular O, N y S, o bien pudiendo portar los átomos de carbono grupos hidroxilo, grupos amino y/o átomos de halógeno. De manera particularmente preferida, R se selecciona del grupo que se compone de metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, terc.-butilo y H. En el disolvente están contenidas preferiblemente 10 a 500 ppm y 10 a 250 ppm del componente polar.

40 El procedimiento de acuerdo con la invención puede hacerse funcionar dentro de intervalos de presión de 1 - 20 bar, preferiblemente de 1 a 10 bar. La presión de trabajo se puede ajustar mediante la temperatura de reacción y/o la inyección de gases inertes, preferiblemente nitrógeno.

45 El procedimiento de acuerdo con la invención puede hacerse funcionar de forma continua o discontinua, teniendo lugar la adición de los componentes individuales preferiblemente en la siguiente secuencia:

- 50 - en primer lugar se añade el disolvente, incluido el componente polar, después al menos un compuesto organometálico, después al menos un compuesto con contenido en titanio, después amoníaco y después isopreno.
- en primer lugar se añade el disolvente, incluido el componente polar, después al menos un compuesto con contenido en titanio, después al menos un compuesto organometálico, después amoníaco y después isopreno.
- 55 - en primer lugar se añade el disolvente, incluido el componente polar, después amoníaco, después al menos un compuesto con contenido en titanio, después al menos un compuesto organometálico y después isopreno.

60 La adición de los componentes individuales puede tener lugar con o sin demora en el tiempo. Es posible añadir todos los componentes dentro de un corto período de tiempo y a continuación seguir agitando hasta que haya terminado la reacción. Sin embargo, también es posible añadir los componentes individuales a lo largo de un período de tiempo más prolongado, con lo que se requiere un tiempo de agitación posterior más corto. Asimismo son posibles combinaciones de las dos formas de realización. La agitación posterior tiene lugar preferiblemente a la misma temperatura a la que se añadieron los componentes individuales. Preferiblemente, el isopreno se añadió de manera que la temperatura se mantiene constante a un valor determinado. La reacción se prolonga preferiblemente hasta que hay reaccionado > 90%, de manera particularmente preferida > 95% del isopreno - según el análisis cromatográfico de gases.

El TMCDT obtenido o bien las mezclas de sustancias obtenidas que contienen TMCDT se utilizan preferentemente para preparar fragancias y/o perfumes.

5 Los Ejemplos que siguen sirven para explicar la invención con mayor detalle.

Ejemplos

10 Ejemplo 1 (Ejemplo comparativo)

Un autoclave de vidrio de 1,5 litros, con una atmósfera de nitrógeno, se cargó con 0,5 litros de benceno con un contenido en agua de 15 ppm. Después, se añadieron 42,5 ml de sesquicloruro de etilaluminio (disolución al 20% en benceno) y 13,2 ml de $TiCl_4$ (disolución al 5% en benceno). El autoclave se cerró y la mezcla de reacción se calentó a 40°C. A esta temperatura se añadieron 343 g de isopreno en el espacio de 4 horas. Durante la adición de isopreno, la temperatura en el autoclave se mantuvo constante a 40°C. Después de finalizada la adición, la mezcla de reacción se continuó agitando a 40°C durante 1 hora y el catalizador se descompuso finalmente mediante la adición de lejía de sosa acuosa al 25%. La mezcla de reacción orgánica contenía 48,81% de TMCDT, así como 3,48% de dímeros C_{10} cíclicos y lineales y 4,85% de trímeros lineales y 29,4% de componentes poliméricos.

20 Ejemplo 2 (de acuerdo con la invención)

Un autoclave de vidrio de 1,5 litros, con una atmósfera de nitrógeno, se cargó con 0,5 litros de benceno con un contenido en agua de 15 ppm. Después, se añadieron 84,9 ml de sesquicloruro de etilaluminio (disolución al 20% en benceno) y 13,2 ml de $TiCl_4$ (disolución al 5% en benceno). El autoclave se cerró y, a la temperatura ambiente y con agitación, se añadieron 201 mg de gas amoníaco a través de un tabique. La mezcla de reacción se calentó a 40°C. A esta temperatura se añadieron 170,5 g de isopreno en el espacio de 4 horas. Durante la adición de isopreno, la temperatura en el autoclave se mantuvo constante a 40°C. Después de finalizada la adición, la mezcla de reacción se continuó agitando a 40°C durante 1 hora y el catalizador se descompuso finalmente mediante la adición de lejía de sosa acuosa al 25%. La mezcla de reacción orgánica contenía 60,27% de TMCDT, así como 14,07% de dímeros C_{10} cíclicos y lineales y 4,14% de trímeros lineales y 13,35% de componentes poliméricos.

Ejemplo 3 (de acuerdo con la invención)

Un autoclave de 10 litros de acero inoxidable, con una atmósfera de nitrógeno, se cargó con 4 litros de benceno con un contenido en agua de 15 ppm. Después, se añadieron 76,8 ml de sesquicloruro de etilaluminio (disolución al 20% en benceno) y 16,3 ml de $TiCl_4$ (disolución al 5% en benceno). El autoclave se cerró y, a la temperatura ambiente y con agitación, se añadieron 296 mg de gas amoníaco a través de un tabique. La mezcla de reacción se calentó a 40°C. A esta temperatura se añadieron 2716 g de isopreno con un caudal de 7 g/min. Durante la adición de isopreno, la temperatura en el autoclave se mantuvo constante a 40°C. Después de finalizada la adición, la mezcla de reacción se continuó agitando a 40°C durante 2 horas y el catalizador se descompuso finalmente mediante la adición de lejía de sosa acuosa al 25%. La mezcla de reacción orgánica contenía 53,12% de TMCDT, así como 9,85% de dímeros C_{10} cíclicos y lineales y 2,29% de trímeros lineales.

Ejemplo 4 (de acuerdo con la invención)

Un autoclave de 10 litros de acero inoxidable, con una atmósfera de nitrógeno, se cargó con 4 litros de benceno con un contenido en agua de 50 ppm. Después, se añadieron 76,8 ml de sesquicloruro de etilaluminio (disolución al 20% en benceno) y 16,3 ml de $TiCl_4$ (disolución al 5% en benceno). El autoclave se cerró y, a la temperatura ambiente y con agitación, se añadieron 296 mg de gas amoníaco a través de un tabique. La mezcla de reacción se calentó a 40°C. A esta temperatura se añadieron 2716 g de isopreno con un caudal de 7 g/min. Durante la adición de isopreno, la temperatura en el autoclave se mantuvo constante a 40°C. Después de finalizada la adición, la mezcla de reacción se continuó agitando a 40°C durante 2 horas y el catalizador se descompuso finalmente mediante la adición de lejía de sosa acuosa al 25%. La mezcla de reacción orgánica contenía 71,91% de TMCDT, así como 4,2% de dímeros C_{10} cíclicos y lineales y 1,82% de trímeros lineales.

Ejemplo 5 (de acuerdo con invención)

Un autoclave de 10 litros de acero inoxidable, con una atmósfera de nitrógeno, se cargó con 4 litros de benceno con un contenido en agua de 110 ppm. Después, se añadieron 76,8 ml de sesquicloruro de etilaluminio (disolución al 20% en benceno) y 16,3 ml de $TiCl_4$ (disolución al 5% en benceno). El autoclave se cerró y, a la temperatura ambiente y con agitación, se añadieron 296 mg de gas amoníaco a través de un tabique. La mezcla de reacción se calentó a 40°C. A esta temperatura se añadieron 2716 g de isopreno con un caudal de 7 g/min. Durante la adición de isopreno, la temperatura en el autoclave se mantuvo constante a 40°C. Después de finalizada la adición, la mezcla de reacción se continuó agitando a 40°C durante 2 horas y el catalizador se descompuso finalmente mediante la adición de lejía de

sosa acuosa al 25%. La mezcla de reacción orgánica contenía 66,39% de TMCDT, así como 5,31% de dímeros C₁₀ cíclicos y lineales y 0,95% de trímeros lineales.

Ejemplo 6 (Ejemplo comparativo)

- 5 Un autoclave de vidrio de 1,5 litros, con una atmósfera de nitrógeno, se cargó con 150 ml de tolueno con un contenido en agua de 15 ppm. Después, se añadieron 16,7 ml de metóxido de dietilaluminio (disolución al 50% en COD) y 4,06 g de acetilacetato de níquel así como 5,06 g de fosfito de 1,1,1-trimetilolpropano. El autoclave se cerró y la mezcla de reacción se calentó a 90°C. A esta temperatura se añadieron 400 g de isopreno en el espacio de 4 horas. Durante la
- 10 adición de isopreno, la temperatura en el autoclave se mantuvo constante a 90°C. Después de finalizada la adición, la mezcla de reacción se continuó agitando a 90°C durante 20 horas y el catalizador se descompuso finalmente mediante la adición de lejía de sosa acuosa al 25%. La mezcla de reacción orgánica contenía 12,16% de DMCOD y 63,06% de TMCDT, así como 3,78% de dímeros C₁₀ cíclicos y lineales y 6,39% de trímeros lineales.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento continuo y/o discontinuo para la preparación de trimetilciclododecatrieno, mediante reacción de isopreno en presencia de un disolvente, de al menos un sistema de catalizador, así como de al menos un compuesto organometálico para dar un trimetilciclododecatrieno bruto, caracterizado por que
- el sistema de catalizador contiene titanio,
 - se añade amoníaco al sistema de catalizador,
 - 10 - antes de la adición del componente de catalizador, el disolvente contiene 10 -1000 ppm de un componente polar de la fórmula general HO-R, en donde R se selecciona del grupo que consiste en alquilo C₁-C₁₈ ramificado y no ramificado, cicloalquilo C₁-C₁₈, arilo C₁-C₁₈, aralquilo C₁-C₁₈ y H, y
 - por que la temperatura de reacción es menor que o igual a 80°C.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el sistema de catalizador contiene tetracloruro de titanio.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 2, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo a 30 hasta 70°C.
- 20 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que se utiliza un disolvente aromático o alifático o una mezcla del mismo.
- 25 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que el sistema de catalizador presenta una concentración en la mezcla de reacción de 0,01 a 40 mmol/l de titanio.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que el sistema de catalizador presenta una concentración en la mezcla de reacción de 0,05 a 10 mmol/l de titanio.
- 35 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que en primer lugar se añade el disolvente, incluido el componente polar, después al menos un compuesto organometálico, después al menos un compuesto con contenido en titanio, después amoníaco y después isopreno.
- 40 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que en primer lugar se añade el disolvente, incluido el componente polar, después al menos un compuesto con contenido en titanio, después al menos un compuesto organometálico, después amoníaco y después isopreno.
- 45 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que en el caso del compuesto organometálico se trata de un compuesto de organoaluminio.
10. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que en el caso del compuesto organometálico se trata de sesquicloruro de etoxidietilaluminio o de etilaluminio.
11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 9 a 10, caracterizado por que la relación molar entre titanio y aluminio asciende a 1:10 a 1:60.
12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por que se aíslan 1,5- y/o 1,6-dimetilcicloocta-1,5-dieno (DMCOD).