

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 615 152**

51 Int. Cl.:

C07F 7/22

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.10.2007 PCT/JP2007/069369**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.04.2008 WO08044575**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.10.2007 E 07829108 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.11.2016 EP 2078724**

54 Título: **Procedimiento para la producción de dialcóxidos de dialquil estaño**

30 Prioridad:

11.10.2006 JP 2006278017

08.12.2006 JP 2006331451

29.03.2007 JP 2007089150

29.03.2007 JP 2007089752

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

05.06.2017

73 Titular/es:

ASAHI KASEI KABUSHIKI KAISHA (100.0%)

1-105 Kanda Jinbocho, Chiyoda-ku

Tokyo 101-8101, JP

72 Inventor/es:

SHINOHATA, MASAOKI y

MIYAKE, NOBUHISA

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Carlos

ES 2 615 152 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 dialcóxidos de dialquil estaño

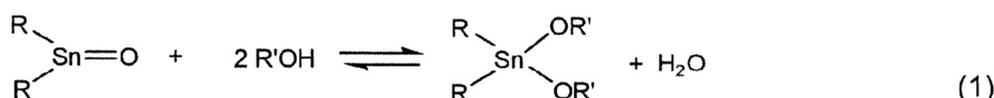
5 Sector de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de compuestos de alcóxido de dialquil estaño como catalizadores para utilizar en la producción de ésteres y ésteres de ácido carbónico, y a un procedimiento para la producción de ésteres y ésteres de ácido carbónico que utiliza los compuestos de dialcóxido de dialquil estaño.

Antecedentes técnicos

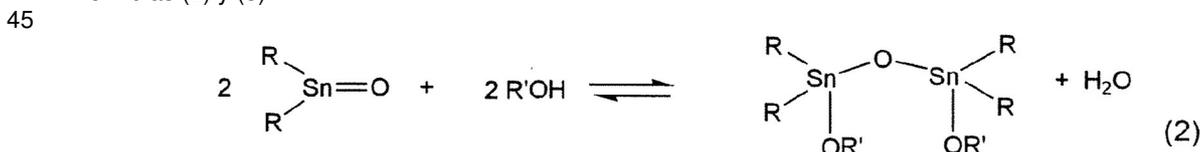
15 Los dialcóxidos de dialquil estaño son extremadamente útiles como catalizadores, tales como catalizadores de la síntesis de ésteres, catalizadores de la síntesis de ésteres de ácido carbónico, catalizadores de reacción de intercambio de ésteres y catalizadores de curado de polímero de silicona o uretano. En particular, además de la utilización de los ésteres de ácido carbónico como aditivos, tales como aditivos de la gasolina para mejorar el octanaje y aditivos de combustible diésel para reducir los niveles de partículas en los gases de escape, estos compuestos útiles también se utilizan como agentes de alquilación, agentes de carbonilación o disolventes, y similares, durante la síntesis de policarbonatos, uretanos, productos farmacéuticos, productos químicos agrícolas y otros compuestos orgánicos, o como electrolitos en baterías de litio, materiales de partida de aceites lubricantes y materiales de partida de agentes de desoxigenación para evitar la corrosión de tubos de caldera, dando lugar, de este modo, a dialcóxidos de dialquil estaño que atraen la atención como catalizadores de síntesis, en particular. Por ejemplo, la publicación internacional No. WO 2003/055840 da a conocer un procedimiento para producir un éster de ácido carbónico que comprende hacer reaccionar un compuesto organometálico que contiene dialcóxido de dialquil estaño con dióxido de carbono, seguido por la descomposición térmica del producto de adición formado.

Un procedimiento conocido convencionalmente para producir dialcóxidos de dialquilo estaño comprende llevar a cabo una reacción de deshidratación de óxidos de dialquil estaño y alcoholes y extraer del líquido de reacción el componente de bajo punto de ebullición resultante que contiene el agua (se hace referencia, por ejemplo, a la patente de Estados Unidos No. 5545600, la publicación internacional No. WO 2005/111049, la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2005-298433, Journal of Chemical Society, 23 (1971), 3972, y Journal of the Chemical Society of Japan - Industrial Chemistry, 72, 7 (1969), 1543-1549). Los procedimientos para producir los dialcóxidos de dialquilo estaño mediante la reacción de deshidratación de los óxidos de dialquil estaño y los alcoholes se supone que son reacciones de equilibrio que acompañan a la deshidratación, tal como se muestra en la siguiente fórmula (1) a continuación:

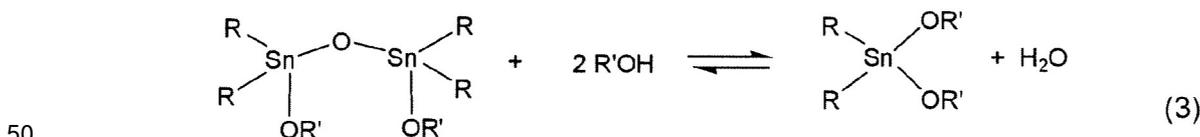


40 (en la que R y R' representan grupos alquilo).

El equilibrio anterior está desplazado mayoritariamente hacia los reactivos y se supone que contiene, además, reacciones de deshidratación sucesivas a través de tetraalquil diestannoxano, tal como se muestra en las siguientes fórmulas (2) y (3):



(en la que R y R' representan grupos alquilo);



50 (en la que R y R' representan grupos alquilo).

A pesar de que los dialcóxidos de dialquil estaño se producen mientras se extrae el agua generada a partir de cada reacción de deshidratación fuera del sistema a efectos de obtener los dialcóxidos de dialquil estaño con un alto rendimiento, ya que esta reacción no es ventajosa con respecto a la energía de reacción, se requiere que la reacción

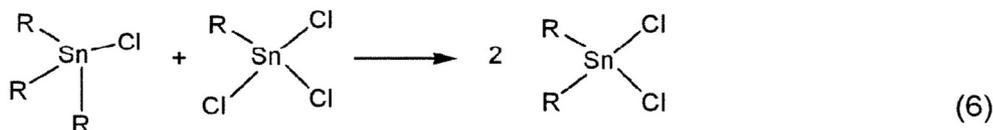
ácido carbónico. En dichos casos, aunque normalmente se utiliza un procedimiento, que comprende la adición de una pequeña cantidad de compuestos de alcóxido de dialquil estaño recién preparados a efectos de conseguir que la velocidad de reacción y el rendimiento sean constantes, si se dejan las variantes como tales mientras simplemente se continúan añadiendo compuestos de alcóxido de dialquil estaño recién preparados, puede surgir el problema de una gran cantidad de productos de degradación de baja actividad que se acumulan en el sistema de reacción. Además, incluso en el caso de extraer una parte de una mezcla de compuestos de alcóxido de alquil estaño que contienen variantes de compuestos de alcóxido de dialquil estaño del sistema de reacción mientras se añaden compuestos de alcóxido de dialquil estaño recién preparados para mantener una concentración constante de compuesto de alcóxido de dialquil estaño en el sistema de reacción, además de las variantes extraídas del compuesto de alcóxido de dialquil estaño que se convierten en residuos, ya que la forma activa en forma del compuesto de alcóxido de dialquil estaño también se extrae y desecha, aparecen problemas significativos con respecto al coste y el tratamiento de residuos.

Anteriormente, se han propuesto varias soluciones a los problemas anteriores (véase, por ejemplo, la publicación internacional No. WO 2004/014840 y la publicación internacional No. WO 2007/097388). Más específicamente, la publicación internacional No. WO 2004/014840 propone un procedimiento utilizado en la producción de ésteres de ácido carbónico que utiliza compuestos de alcóxido de dialquilo estaño que contienen productos de desnaturalización térmica de compuestos de alcóxidos de dialquil estaño para separar los componentes del compuesto de trialquil estaño de los compuestos de alcóxido de dialquil estaño que contienen dichos productos de desnaturalización térmica para evitar su acumulación en el sistema de reacción. Sin embargo, dado que los compuestos de estaño de punto de ebullición elevado que tienen una estructura no identificable contenidos en variantes de los compuestos de alcóxido de dialquil estaño no pueden ser extraídos, la acumulación de variantes de compuestos de alcóxido de dialquil estaño no se puede evitar completamente con este procedimiento.

Además, los inventores de la presente invención dieron a conocer un procedimiento para separar y recuperar productos formados a través de compuestos de alcóxido de dialquil estaño en forma de dialcóxidos de dialquilo estaño mediante la reacción preliminar de un compuesto de alcóxido de dialquil estaño y variantes del compuesto de alcóxido de dialquil estaño extraído del sistema de reacción con un alcohol y/o éster de ácido carbónico (véase la publicación internacional No. WO 2007/097388). Según este procedimiento, se resuelve el problema del desecho de la forma activa en forma del compuesto de alcóxido de dialquil estaño con las variantes, lo que permite que se descarten selectivamente solo las variantes de compuestos de alcóxido de dialquil estaño. Sin embargo, dado que las variantes de los compuestos de alcóxido de dialquil estaño no se pueden reutilizar, aún permanecen los problemas de costes y de tratamiento de residuos.

En base a estos antecedentes, existe una necesidad para el desarrollo de una tecnología que permita la regeneración de variantes de compuestos de alcóxido de dialquil estaño en una forma activa en forma de compuestos de alcóxido de dialquil estaño y que se puedan volver a utilizar en la producción de ésteres de ácido carbónico.

Las reacciones de proporción, que son las reacciones inversas de las reacciones de desproporción mencionadas anteriormente, se utilizan como un procedimiento para obtener compuestos de dialquil estaño a partir de mezclas de dos tipos de compuestos que tienen diferentes números de grupos alquilo en el átomo de estaño. Por ejemplo, en el caso de compuestos de haluro de estaño, se forma dialquilcloro estaño mediante una reacción de proporción entre el trialquilcloro estaño y el alquiltricloro estaño, tal como se representa mediante la siguiente fórmula (6) (véase, por ejemplo, la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. H4-81999).



Como se ha descrito anteriormente, las reacciones de desproporción que desnaturalizan los compuestos de alcóxido de dialquil estaño en alcóxidos de trialquil estaño y compuestos de monoalquilo estaño mediante una reacción de desproporción son ventajosos en el caso de compuestos de alcóxido de estaño, y es difícil que tenga lugar la reacción inversa en forma de reacción de proporción. Por otra parte, las reacciones de proporción son ventajosas en el caso de compuestos de haluro de estaño, lo que permite la obtención de dialquilcloro estaño a partir de trialquilcloro estaño y alquiltricloro estaño.

Se han propuesto anteriormente varios procedimientos para la producción de alquiltricloro estaño (véase, por ejemplo, la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. H4-81999 y la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. S44-8489). Más específicamente, la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. H4-81999 da a conocer un procedimiento para la producción de alquiltricloro estaño utilizando la reacción de proporción, tal como se ha descrito anteriormente, utilizando una mezcla de tetraalquil estaño y tetracloro estaño en una proporción específica. La solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. S44-8489 da a conocer un procedimiento para producir alquiltricloro estaño mediante la reacción de

estannonato de alcano y cloruro de hidrógeno. Sin embargo, aún no se conoce una tecnología para producir compuestos de alquiltricloro estaño mediante la utilización como variantes de materia prima de compuestos de alcóxido de dialquil estaño.

5 Por otro lado, se han dado a conocer reacciones en las que se forman acetóxidos de trialquil estaño y óxidos de acetóxido de alquil estaño mediante la reacción de variantes de compuestos de alcóxido de dialquil estaño con ácido acético, como reacciones de variantes de compuestos de alcóxido de dialquil estaño (véase, por ejemplo, Journal of American Chemical Society, 121 (1999), 3793). Sin embargo, aún no se conoce un procedimiento para la producción de compuestos de alcóxido de dialquilo estaño mediante la reacción de proporción entre acetóxidos de trialquil estaño y compuestos de óxido de acetóxido de alquil estaño.

10 En base a lo anterior, dado que aún no se ha conseguido el desarrollo de tecnologías para la regeneración de variantes de compuestos de alcóxido de dialquil estaño en formas activas en forma de compuestos de alcóxido de dialquil estaño, siguen sin resolverse los problemas de costes y de tratamiento de residuos en el procedimiento de producción de ésteres de ácido carbónico.

15 Características de la invención

A continuación, el término "invención", tiene el significado de "invención, en el sentido estricto, tal como se define en las reivindicaciones adjuntas".

20 Problemas a resolver por la invención

Un objetivo de la presente invención es dar a conocer un procedimiento para producir compuestos de dialquil estaño que permite la regeneración de variantes de compuestos de alcóxido de dialquil estaño en compuestos de alcóxido de dialquil estaño, y también dar a conocer un procedimiento para la utilización de dichos compuestos de dialquil estaño en la producción de ésteres de ácido carbónico.

25 Medios para resolver los problemas

Como resultado de llevar a cabo estudios exhaustivos sobre los problemas mencionados anteriormente, los inventores de la presente invención descubrieron que los problemas mencionados anteriormente se pueden resolver mediante la producción de un compuesto de dialquil estaño mediante la reacción de un ácido y/o un anhídrido de ácido con una composición que contiene una variante de un compuesto de alcóxido de dialquil estaño, seguido del tratamiento térmico de dicho compuesto de dialquil estaño y, a continuación, la regeneración de dicho compuesto de dialquil estaño en un compuesto de alcóxido de dialquil estaño y la utilización en la producción de un éster de ácido carbónico, conduciendo, de este modo, a la realización de la presente invención. En otras palabras, la presente invención es tal como se describe a continuación.

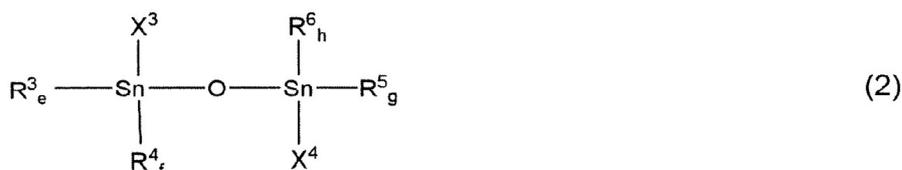
40 La presente invención da a conocer:

[1] un procedimiento para producir un compuesto de dialquil estaño, que comprende: someter una composición de una forma desactivada de un catalizador de dialquil estaño, que se forma cuando se produce un compuesto de éster utilizando el catalizador de dialquil estaño, a una reacción de redistribución de grupos alquilo y/o una reacción de desalquilación,

[2] el procedimiento, según el punto [1], en el que el catalizador de dialquil estaño es, como mínimo, un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un compuesto de dialquil estaño representado por la fórmula (1) y un compuesto de tetraalquil diestannoxano representado por la fórmula (2):



(en la que cada uno de R¹ y R² representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, cada uno de X¹ y X² representa, de manera independiente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno, a y b representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2 y a + b = 2, y c y d representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2 y c + d = 2;



(en la que cada uno de R^3 , R^4 , R^5 y R^6 representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

5 cada uno de X^3 y X^4 representa, de manera independiente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno, y e, f, g y h representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2, $e + f = 2$ y $g + h = 2$).

10 [3] el procedimiento, según el punto [2], en el que en las fórmulas (1) y (2), el número de átomos de carbono que constituyen X^1 , X^2 , X^3 y X^4 es un número seleccionado entre un número entero de 0 a 12,

[4] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [3], en el que el compuesto éster es, como mínimo, un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende éster de ácido carboxílico, éster de ácido carbamínico e isocianato,

15 [5] el procedimiento, según el punto [4], en el que el éster de ácido carboxílico es un éster de ácido carbónico,

[6] el procedimiento, según el punto [5], en el que la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño es una composición que contiene una forma desactivada del catalizador de dialquil estaño generado durante una etapa de producción de un éster de ácido carbónico a partir de dióxido de carbono y el catalizador de dialquil estaño,

25 [7] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [6], en el que la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño es una forma desactivada por calor del catalizador de dialquil estaño,

[8] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [7], en el que la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño es una forma desactivada del catalizador de dialquil estaño que procede del catalizador de dialquil estaño, en el que el número de grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño difiere del número de grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño del catalizador de dialquil estaño,

30 [9] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [8], en el que, como mínimo, un tipo de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño es un compuesto de trialquil estaño,

[10] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [9], en el que la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño es un compuesto de trialquil estaño y un compuesto orgánico de estaño que contiene un átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico que se encuentra de -220 a -610 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se analiza mediante ^{119}Sn -RMN en una solución de cloroformo pesado,

40 [11] el procedimiento, según el punto [10], que comprende, además, separar la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño en una composición que contiene el compuesto de trialquil estaño y una composición que contiene el compuesto que contiene un átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico que se encuentra de -220 a -610 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se analizan mediante ^{119}Sn -RMN en una solución de cloroformo pesado,

45 [12] el procedimiento, según el punto [11], en el que la etapa de separación se lleva a cabo, como mínimo, mediante un procedimiento seleccionado entre el grupo que comprende separación por destilación, separación por extracción y separación por membrana,

50 [13] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [12], en el que en un caso en el que el pKa de un ácido conjugado con respecto, como mínimo, a un sustituyente entre los grupos unidos a átomos de estaño de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño distintos de los grupos alquilo que proceden del catalizador de dialquil estaño es de 0 a 6,8,

55 la reacción de redistribución de grupos alquilo es una reacción de redistribución de grupos alquilo, en la que un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y (en el que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8) se trata térmicamente,

[14] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [12], en el que en un caso en el que el pKa de un ácido conjugado con respecto, como mínimo, a un sustituyente entre los grupos unidos a átomos de estaño de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño distintos de los grupos alquilo que proceden del catalizador de dialquil estaño es de 6,8 a 25,

la reacción de redistribución de grupos alquilo comprende las etapas de:

(A) obtener un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y mediante la sustitución de la totalidad o una parte de los ligandos de la forma desactivada (excluyendo un grupo alquilo que procede del catalizador de dialquil estaño y unido a estaño) por un sustituyente Y; y

5 (B) tratar térmicamente el compuesto orgánico que tiene un enlace Sn-Y y obtenido en la etapa (A) (en el que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8),

10 [15] el procedimiento, según el punto [14], en el que la etapa (A) comprende producir un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y, en el que tres grupos alquilo y un solo grupo Y que procede de un ácido y/o un anhídrido de ácido están unidos a un solo átomo de estaño, y un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y, en el que un solo grupo alquilo y un número de grupos Y que proceden de un ácido y/o un anhídrido de ácido, seleccionándose el número de grupos Y entre un número entero de 1 a 3, están unidos a un solo átomo de estaño, mediante la reacción de la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño con el ácido representado por la siguiente fórmula (3) y/o el anhídrido de ácido representado por la siguiente fórmula (4):



20 (en la que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8)



25 (en la que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, y O representa un átomo de oxígeno),

30 [16] el procedimiento, según el punto [15], en el que la etapa (A) se lleva a cabo mientras se extrae el agua generada durante la utilización de ácido en la etapa (A) mediante, como mínimo, un procedimiento seleccionado entre el grupo que comprende la extracción con un agente deshidratante, la separación por destilación y la separación por membrana,

35 [17] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [12], en el que la reacción de desalquilación comprende formar un enlace Sn-Y mediante la eliminación de un grupo alquilo de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño (en el que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8),

40 [18] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [9] a [12], en el que la reacción de desalquilación forma un solo enlace Sn-Y mediante la eliminación de un solo grupo alquilo del compuesto de trialquil estaño contenido en la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño para obtener un compuesto de dialquil estaño que tiene un enlace Sn-Y (en el que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8),

45 [19] el procedimiento, según el punto [18], en el que la etapa de formación del enlace Sn-Y comprende hacer reaccionar el compuesto de trialquil estaño contenido en la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño con un ácido representado por la fórmula (5) y/o un anhídrido de ácido representado por la fórmula (6):



50 (en la que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8);



55 (en la que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, y O representa un átomo de oxígeno),

60 [20] el procedimiento, según el punto [15] o [19], en el que el ácido y/o el anhídrido de ácido es un líquido o gas a 60°C,

[21] el procedimiento, según el punto [20], en el que el ácido es un ácido halogenhídrico,

[22] el procedimiento, según el punto [20], en el que el ácido es un haluro de hidrógeno,

65 [23] el procedimiento, según el punto [20], en el que el ácido es un ácido orgánico,

[24] el procedimiento, según el punto [23], en el que el ácido orgánico es un ácido carboxílico,

[25] el procedimiento, según el punto [20], en el que un punto de ebullición estándar del anhídrido de ácido es de 300°C o inferior,

5 [26] el procedimiento, según el punto [25], en el que el anhídrido de ácido es anhídrido acético o anhídrido maleico,

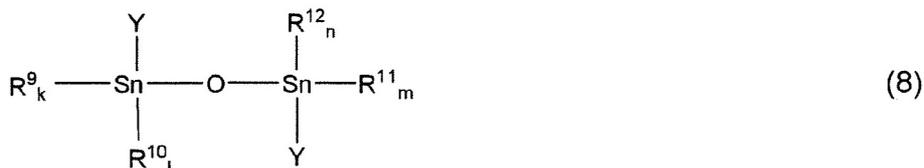
[27] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] a [26], en el que el compuesto de dialquil estaño tiene dos grupos alquilo que proceden de un catalizador de dialquil estaño y está unido a un solo átomo de estaño, teniendo simultáneamente, como mínimo, un enlace Sn-Y (en el que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8),

[28] el procedimiento, según el punto [27], en el que el compuesto de dialquil estaño es, como mínimo, un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un compuesto de dialquil estaño representado por la fórmula (7) y un compuesto de tetraalquil diestannoxano representado por la fórmula (8):



(en la que R⁷ y R⁸ representan un grupo que procede del catalizador de dialquil estaño, y, de manera independiente, representan un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, Y representa un grupo que procede del catalizador de dialquil estaño o un grupo que procede del ácido (HY) y/o del anhídrido de ácido (YOY), el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, e

25 i y j representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2, e i + j = 2);



(en la que R⁹, R¹⁰, R¹¹ y R¹² representan un grupo que procede del catalizador de dialquil estaño, y, de manera independiente, representan un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, Y representa un grupo que procede del catalizador de dialquil estaño o un grupo que procede del ácido (HY) y/o del anhídrido de ácido (YOY), el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, y

30 k, l, m y n, respectivamente, representan un número entero de 0 a 2, k + l = 2 y m + n = 2),

[29] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [14] a [26], que comprende además, después de la etapa (B), una etapa (I) de sustituir el sustituyente Y del compuesto de dialquil estaño que tiene un enlace Sn-Y, como mínimo, con un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno,

[30] el procedimiento, según el punto [29], en el que la etapa (I) comprende:
una etapa (I-1) de obtención de una composición que contiene un óxido de dialquil estaño mediante la hidrólisis del compuesto de dialquil estaño que tiene un enlace Sn-Y mediante la adición de una solución acuosa alcalina; y
una etapa (I-2) de reacción de la composición que contiene el óxido de dialquil estaño, obtenida en la etapa (I-1), como mínimo, con un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende alcohol, ácido carboxílico y haluro de hidrógeno, seguido de la extracción de un componente que contiene el agua generada del líquido de reacción,

[31] el procedimiento, según el punto [30], en el que la solución acuosa alcalina es, como mínimo, un tipo de solución acuosa alcalina seleccionada entre el grupo que comprende una solución acuosa de hidróxido de sodio, una solución acuosa de hidróxido de potasio, una solución acuosa de carbonato de potasio y una solución acuosa de carbonato de sodio,

[32] el procedimiento, según el punto [30] o [31], en el que la etapa (I-2) es una etapa en la que el compuesto reaccionado con la composición que contiene el óxido de dialquil estaño es alcohol y se obtiene un compuesto de alcóxido de dialquil estaño,

[33] el procedimiento, según el punto [6], en el que la etapa para producir un éster de ácido carbónico comprende: una etapa (1) de obtención de un líquido de reacción que contiene el éster de ácido carbónico mediante la reacción de dióxido de carbono y el catalizador de dialquil estaño;

una etapa (2) de obtención de un residuo líquido mediante la separación del éster de ácido carbónico del líquido de reacción;

una etapa (3) de regeneración del catalizador de dialquil estaño mediante la reacción del residuo líquido y el alcohol, y la extracción del agua generada fuera del sistema; y

una etapa (4) de reciclaje del catalizador de dialquil estaño obtenido en la etapa (3) a la etapa (1),

[34] el procedimiento, según el punto [33], en el que la etapa de regeneración del catalizador de dialquil estaño de la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño generado durante la etapa para producir el éster de ácido carbónico mediante la reacción de redistribución de grupos alquilo y/o la reacción de desalquilación se llevan a cabo después de la etapa (2) y/o la etapa (3), y el catalizador de dialquil estaño regenerado se recicla y se vuelve a utilizar como el catalizador de dialquil estaño de la etapa (4) y/o la etapa (1),

[35] el procedimiento, según el punto [34], en el que la etapa de regeneración del catalizador de dialquil estaño es una etapa que utiliza las etapas, según cualquiera de las reivindicaciones 29 a 32, y en la que el sustituyente Y representa un grupo aciloxilo,

[36] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [1] y [33] a [35], en el que el catalizador de dialquil estaño es un compuesto de alcóxido de dialquil estaño,

[37] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [33] a [36], en el que el catalizador de dialquil estaño es un compuesto de alcóxido de dialquil estaño, y X^1 , X^2 , X^3 y X^4 de un compuesto representado por la fórmula (1) y/o la fórmula (2) representan grupos alcoxi:



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

cada uno de X^1 y X^2 representa, de manera independiente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno,

a y b representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2 y $a + b = 2$, y

c y d representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2 y $c + d = 2$);



(en la que cada uno de R^3 , R^4 , R^5 y R^6 representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

cada uno de X^3 y X^4 representa, de manera independiente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno,

e, f, g y h representan, respectivamente, un número entero de 0 a 2, $e + f = 2$ y $g + h = 2$),

[38] el procedimiento, según el punto [37], en el que el catalizador de dialquil estaño es un alcóxido de dialquil estaño, y R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 y R^6 del compuesto representado por la fórmula (1) y/o la fórmula (2) representan simultáneamente un grupo n-butilo o un grupo n-octilo,

[39] el procedimiento, según cualquiera de los puntos [33] a [38], en el que el alcohol es un alcohol representado por la siguiente fórmula (9):



(en la que R^{13} representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 4 a 8 átomos de carbono).

Efectos ventajosos de la invención

Según la presente invención, se puede obtener un componente útil en forma de un compuesto de dialquil estaño a partir de una composición que contiene variantes de un compuesto de alcóxido de dialquil estaño, y el compuesto de dialquil estaño se puede volver a utilizar para producir un éster de ácido carbónico después de haberse convertido a un compuesto de alcóxido de dialquil estaño, haciendo, de este modo, que la presente invención sea extremadamente útil en sectores industriales.

Descripción breve de los dibujos

La figura 1 ilustra un dibujo esquemático que muestra un procedimiento mejorado para producir ésteres de ácido carbónico mediante la combinación del procedimiento de producción, según la presente realización de la presente invención;
 la figura 2 ilustra un dibujo esquemático que muestra un aparato para producir de manera continua ésteres de ácido carbónico utilizando una composición del catalizador de alquil estaño en la presente realización;
 la figura 3 muestra el espectro de ^{119}Sn -RMN de tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño separado de la etapa (23-1) del ejemplo 23 en la presente invención;
 la figura 4 muestra el espectro de ^{119}Sn -RMN de un componente de punto de ebullición elevado que se encuentra de -240 a -605 ppm separado en la etapa (23-1) del ejemplo 23 en la presente invención;
 la figura 5 muestra el espectro de ^{119}Sn -RMN de tri-n-octil acetoxi estaño producido en la etapa (23-2) del ejemplo 23 en la presente invención;
 la figura 6 muestra el espectro de ^{119}Sn -RMN de una mezcla que contiene el n-octil triacetoxi estaño producido en la etapa (23-2) del ejemplo 23 en la presente invención; y
 la figura 7 muestra el espectro de ^{119}Sn -RMN de una solución que contiene el 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano producido en la etapa (23-4) del ejemplo 23 en la presente invención.

Descripción de los números de referencia:

-101-, -107-: columna de destilación, -102-: recipiente de reacción de tipo columna, -103-, -106-: evaporador de película delgada, -104-: autoclave, -105-: depósito de descarbonización, -111-, -112-, -117-: rehervidor, -121-, -123-, -126-, -127-: condensador, -1-, -9-: tubo de suministro, -2-, -4-, -5-, -6-, -7-, -8-, -10-, -11-, -12-, -13-, -14-: tubo de transferencia, -3-, -15-: tubo de recuperación, -16-: tubo de extracción, -17-: tubo de alimentación.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

A continuación se proporciona una explicación detallada de las realizaciones preferentes de la presente invención (a las que se hará referencia como "las presentes realizaciones"). Además, la presente invención no se limita a las siguientes realizaciones, sino que puede llevarse a cabo sin apartarse del espíritu y alcance de las mismas.

En primer lugar, se proporciona una explicación de los compuestos utilizados en las presentes realizaciones.

<Catalizador de dialquil estaño>

En las presentes realizaciones, los términos "compuesto de dialquil estaño", "catalizador de dialquil estaño" y "dialquil estaño" que se utilizan en el presente documento, se refieren a compuestos orgánicos de estaño en los que dos grupos alquilo están unidos a un solo átomo de estaño.

Un catalizador de dialquil estaño en las presentes realizaciones se refiere a un compuesto orgánico de estaño que muestra acción catalítica en la producción de compuestos de éster y en el que dos grupos alquilo están unidos a un solo átomo de estaño.

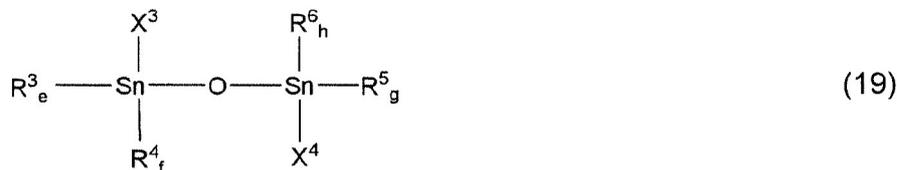
Entre los ejemplos de dicho catalizador de dialquil estaño se incluyen compuestos seleccionados, como mínimo, entre un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende el compuesto de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula (18) y el compuesto de tetraalquil diestannoxano representado por la siguiente fórmula (19):



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

cada uno de X^1 y X^2 representa, de manera independiente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno, a y b representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2 y $a + b = 2$, y c y d representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2 y $c + d = 2$);

5



(en la que cada uno de R^3 , R^4 , R^5 y R^6 representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

10 cada uno de X^3 y X^4 representa, de manera independiente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno, y e, f, g y h representan, respectivamente, un número entero de 0 a 2, $e + f = 2$ y $g + h = 2$).

15 Entre los ejemplos de R^1 y R^2 del catalizador de dialquil estaño representado por la fórmula (18) en las presentes realizaciones y R^3 , R^4 , R^5 y R^6 del compuesto de tetraalquil diestannoxano representado por la fórmula (19) en las presentes realizaciones se incluyen grupos alquilo en forma de grupos de hidrocarburos alifáticos en los que el número de átomos de carbono que constituyen dichos grupos es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 12, tal como un grupo metilo, etilo, propilo (isómeros), butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), dodecilo (isómeros) o similares. Entre los ejemplos preferentes se incluyen grupos alquilo lineales o ramificados en los que el número de átomos de carbono que constituyen dichos grupos es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 8, y aunque se puede utilizar un catalizador de dialquil estaño en el que los grupos alquilo son grupos alquilo en los que el número de átomos de carbono que constituyen dichos grupos está fuera del intervalo indicado, la fluidez puede resultar mala y la productividad puede verse afectada. Entre los ejemplos más preferentes de los grupos alquilo se incluyen grupos de n-butilo o grupos de n-octilo teniendo en cuenta la facilidad de adquisición durante la producción industrial.

25 X^1 y X^2 del catalizador de dialquil estaño representado por la fórmula (18) en las presentes realizaciones y X^3 y X^4 del compuesto de tetraalquil diestannoxano representado por la fórmula (19) en las presentes realizaciones representan, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende grupos alcoxi, grupos aciloxilo y átomos de halógeno, y en el caso de que dicho grupo sea el grupo alcoxi y/o el grupo aciloxilo, el número de átomos de carbono que constituyen dicho grupo es, de manera preferente, un número seleccionado entre un número entero de 0 a 12. Entre los ejemplos de dichos grupos se incluyen grupos alcoxi compuestos por grupos alquilo lineales o ramificados saturados y átomos de oxígeno, tales como un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propoxi (isómeros), un grupo butoxi (isómeros), un grupo pentiloxi (isómeros), un grupo hexiloxi (isómeros), un grupo heptiloxi (isómeros), un grupo octiloxi (isómeros), un grupo noniloxi (isómeros), un grupo deciloxi (isómeros) o similares; grupos aciloxilo compuestos por grupos alquilo lineales o ramificados saturados, grupos carbonilo y átomos de oxígeno, tales como un grupo acetoxi, un grupo propioniloxi, un grupo butiriloxi, un grupo valeriloxi, un grupo lauroiloxi o similares; y átomos de halógeno, tales como un grupo cloro, un grupo bromo, o similares. Entre los ejemplos preferentes se incluyen grupos alcoxi que tienen de 4 a 6 átomos de carbono teniendo en cuenta la fluidez y la solubilidad, así como teniendo en cuenta la utilización como catalizador para la producción de ésteres de ácido carbónico.

45 Entre los ejemplos de catalizadores de dialquil estaño representados por la fórmula (18) se incluyen dialquil-dialcoxi estaño, tales como dimetil-dimetoxi estaño, dimetil-dietoxi estaño, dimetil-dipropoxi estaño (isómeros), dimetil-dibutoxi estaño (isómeros), dimetil-dipentiloxi estaño (isómeros), dimetil-dihexiloxi estaño (isómeros), dimetil-diheptiloxi estaño (isómeros), dimetil-dioctiloxi estaño (isómeros), dimetil-dinoniloxi estaño (isómeros), dimetil-dideciloxi estaño (isómeros), dibutil-dimetoxi estaño (isómeros), dibutil-dietoxi estaño (isómeros), dibutil-dipropoxi estaño (isómeros), dibutil-dibutiloxi estaño (isómeros), dibutil-dipentiloxi estaño (isómeros), dibutil-dihexiloxi estaño (isómeros), dibutil-diheptiloxi estaño (isómeros), dibutil-dioctiloxi estaño (isómeros), dibutil-dinoniloxi estaño (isómeros), dibutil-dideciloxi estaño (isómeros), dioctil-dimetoxi estaño (isómeros), dioctil-dietoxi estaño (isómeros), dioctil-dipropoxi estaño (isómeros), dioctil-dibutiloxi estaño (isómeros), dioctil-dipentiloxi estaño (isómeros), dioctil-dihexiloxi estaño (isómeros), dioctil-diheptiloxi estaño (isómeros), dioctil-dioctiloxi estaño (isómeros), dioctil-dinoniloxi estaño (isómeros), dioctil-dideciloxi estaño (isómeros) o similares; dialquil-diaciloxi estaño, tales como dimetil-diacetoxi estaño, dimetil-dipropioniloxi estaño (isómeros), dimetil-dibutiriloxi estaño, dimetil-dibutiriloxi (isómeros), dimetil-valeriloxi estaño (isómeros), dimetil-dilauroiloxi estaño (isómeros), dibutil-diacetoxi estaño (isómeros), dibutil-dipropioniloxi estaño (isómeros), dibutil-dibutiriloxi estaño (isómeros), dibutil-divaleriloxi estaño (isómeros), dibutil-dilauroiloxi estaño (isómeros), dioctil-diacetoxi estaño (isómeros), dioctil-dipropioniloxi estaño (isómeros), dioctil-dibutiriloxi estaño (isómeros), dioctil-valeriloxi estaño (isómeros), dioctil-dilauroiloxi estaño (isómeros) o similares; y, dialquil-dihaluro estaño, tales como dimetil-dicloro estaño, dimetil-dibromo estaño, dibutil-dicloro estaño (isómeros), dibutil-dibromo estaño (isómeros), dioctil-dicloro estaño (isómeros), dioctil-dibromo estaño (isómeros) o similares.

60

Entre éstos, son preferentes los dialcóxidos de dialquilestaño, tales como dimetil-dimetoxi estaño, dimetil-dietoxi estaño, dimetil-dipropoxi estaño (isómeros), dimetil-dibutoxi estaño (isómeros), dimetil-dipentiloxi estaño (isómeros), dimetil-dihexiloxi estaño (isómeros), dimetil-diheptiloxi estaño (isómeros), dimetil-dioctiloxi estaño (isómeros), dimetil-dinoniloxi estaño (isómeros), dimetil-dideciloxi estaño (isómeros), dibutil-dimetoxi estaño (isómeros), dibutil-dietoxi estaño (isómeros), dibutil-dipropoxi estaño (isómeros), dibutil-dibutiloxi estaño (isómeros), dibutil-dipentiloxi estaño (isómeros), dibutil-dihexiloxi estaño (isómeros), dibutil-diheptiloxi estaño (isómeros), dibutil-dioctiloxi estaño (isómeros), dibutil-dinoniloxi estaño (isómeros), dibutil-dideciloxi estaño (isómeros), dioctil-dimetoxi estaño (isómeros), dioctil-dietoxi estaño (isómeros), dioctil-dipropoxi estaño (isómeros), dioctil-dibutiloxi estaño (isómeros), dioctil-dipentiloxi estaño (isómeros), dioctil-dihexiloxi estaño (isómeros), dioctil-diheptiloxi estaño (isómeros), dioctil-dioctiloxi estaño (isómeros), dioctil-dinoniloxi estaño (isómeros) o dioctil-dideciloxi estaño (isómeros), son más preferentes los dialquil-dialcoxi estaño, tales como dibutil-dipropoxi estaño (isómeros), dibutil-dibutiloxi estaño (isómeros), dibutil-dipentiloxi estaño (isómeros), dibutil-dihexiloxi estaño (isómeros), dibutil-diheptiloxi estaño (isómeros), dioctil-dipropoxi estaño (isómeros), dioctil-dibutoxi estaño (isómeros), dioctil-dipentiloxi estaño (isómeros), y son más preferentes dibutil-dibutiloxi estaño (isómeros), dibutil-dipentiloxi estaño (isómeros), dibutil-dihexiloxi estaño (isómeros), dibutil-diheptiloxi estaño (isómeros), dibutil-dioctiloxi estaño (isómeros), dioctil-dibutiloxi estaño (isómeros), dioctil-dipentiloxi estaño (isómeros), dioctil-dihexiloxi estaño (isómeros), dioctil-diheptiloxi estaño (isómeros) o dioctil-dioctiloxi estaño (isómeros).

Aunque la estructura de monómero del catalizador de dialquil estaño se muestra en la fórmula (18), ésta puede ser una estructura de polímero o una estructura agregada.

Entre los ejemplos de los tetraalquil dialcoxi diestannoxano representados por la fórmula (19) se incluyen 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dialcoxi diestannoxanos, tales como 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dimetoxi diestannoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dietoxi diestannoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipentiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dihexiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diheptiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dioctiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dinoniloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dideciloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dimetoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dietoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipropoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipentiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dihexiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-diheptiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dioctiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dinoniloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dideciloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dimetoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dietoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipropoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipentiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dihexiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diheptiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dioctiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dinoniloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dideciloxi diestannoxano (isómeros) o similares; 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-diaciloxi diestannoxanos, tales como 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diacetoxi diestannoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropioniloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutiriloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-divaleriloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dilauroiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-diacetoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipropioniloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutiriloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-divaleriloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dilauroiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diacetoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipropioniloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutiriloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-divaleriloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dilauroiloxi diestannoxano (isómeros) o similares; y 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dihaluro diestannoxanos, tales como 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dicloro diestannoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibromo diestannoxano, 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dicloro diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibromo diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dicloro diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibromo diestannoxano (isómeros) o similares.

Entre éstos, son preferentes 1,1,3,3-tetraalquil-1,3-dialcoxi diestannoxanos, tales como 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dimetoxi diestannoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dietoxi diestannoxano, 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipropoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dibutoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dipentiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dihexiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-diheptiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dioctiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dinoniloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrametil-1,3-dideciloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dimetoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dietoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipropoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dibutoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dipentiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dihexiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-diheptiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dioctiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dinoniloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutil-1,3-dideciloxi diestannoxano (isómeros).

(isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dimetoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dietoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipropoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipentiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dihexiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diheptiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dioctiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dinoniloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dideciloxi diestannoxano (isómeros) o similares, y son más preferentes 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-dibutoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-dipentiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-dihexiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-diheptiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-dioctiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dibutoxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dipentiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dihexiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-diheptiloxi diestannoxano (isómeros), 1,1,3,3-tetraoctil-1,3-dioctiloxi diestannoxano (incluyendo isómeros) o similares.

Aunque la estructura de monómero del tetraalquil dialcoxi diestannoxano se muestra en la fórmula (19), ésta también puede ser una estructura de polímero o una estructura agregada.

En general, los compuestos orgánicos de estaño adoptan fácilmente una estructura agregada, y aunque, por ejemplo, se conoce que el dialquil dialcoxi estaño forma una estructura de dímero, y se conoce que los tetraalquil dialcoxi diestannoxanos están presentes mediante la formación de una estructura de escalera en la que dos o tres moléculas están agregadas, incluso en los casos en los que hay cambios en este estado agregado, la representación de un compuesto en forma de una estructura de monómero es común y se puede entender fácilmente por un experto en la técnica.

Además, el compuesto de alcóxido de dialquil estaño indicado anteriormente puede utilizarse solo o se pueden utilizar dos o más tipos como una mezcla.

Se puede utilizar un producto disponible en el mercado para el catalizador de dialquil estaño o se puede producir según un procedimiento conocido (por ejemplo, el procedimiento dado a conocer en la patente de Estados Unidos No. 5.545.600) mediante la reacción de un óxido de estaño orgánico, como mínimo, con un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un alcohol, un ácido carboxílico, un anhídrido de ácido, un éster de ácido carbónico y un haluro de hidrógeno, seguido de la extracción de componentes que contienen agua generada del líquido de reacción en el caso de que se genere agua.

En la fórmula estructural de este catalizador de dialquil estaño, se utiliza, de manera preferente, un óxido de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula (20) para el óxido de estaño orgánico:



(en la que cada uno de R^{14} y R^{15} representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono).

Entre los ejemplos de R^{14} y R^{15} se incluyen grupos alquilo en forma de grupos de hidrocarburos alifáticos que tienen 1 a 12 átomos de carbono, tales como un grupo metilo, etilo, propilo (isómeros), butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros) o similares, de manera preferente, grupos alquilo saturados lineales o ramificados que tienen de 1 a 8 átomos de carbono y, de manera más preferente, un grupo n-butilo o n-octilo.

Entre los ejemplos de compuestos reaccionados con el óxido de estaño orgánico se incluyen alcoholes, en los que el número de átomos de carbono que constituyen el alcohol es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 12, tales como metanol, etanol, propanol (isómeros), butanol (isómeros), pentanol (isómeros), hexanol (isómeros), heptanol (isómeros), octanol (isómeros), nonanol (isómeros) o decanol (isómeros); ácidos carboxílicos, en los que el número de átomos de carbono que constituyen el ácido carboxílico es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 12, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico, ácido hexanoico, ácido isocaproico, ácido 2-etilbutanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido heptanoico (isómeros), ácido octanoico (isómeros), ácido nonanoico (isómeros), ácido decanoico (isómeros), ácido undecanoico (isómeros) o ácido dodecanoico (isómeros); anhídridos de ácido, en los que el número de átomos de carbono que constituyen el anhídrido de ácido es un número seleccionado entre un número entero de 3 a 25, tales como anhídrido acético, anhídrido propiónico, anhídrido butírico, anhídrido isobutírico, anhídrido valérico, anhídrido isovalérico, anhídrido succínico, anhídrido maleico o anhídrido propiónico; ésteres de ácido carbónico, tales como carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo (isómeros), carbonato de dibutilo (isómeros), carbonato de dipentilo (isómeros), carbonato de dihexilo (isómeros), carbonato de diheptilo (isómeros) o carbonato de dioctilo (isómeros); y haluros de hidrógeno,

tales como cloruro de hidrógeno, bromuro de hidrógeno o similares.

Aunque varía según los compuestos reaccionados, en el caso de que el compuesto reaccionado sea un alcohol y/o un ácido carboxílico, aunque la cantidad de alcohol está, de manera preferente, en exceso basándose en el óxido de estaño orgánico, dado que se supone que la reacción es una reacción de equilibrio dentro del intervalo de 2 a 1.000 veces la proporción estequiométrica del alcohol y/o el ácido carboxílico con respecto al óxido de estaño orgánico, teniendo en cuenta el tamaño del recipiente de reacción, está, de manera preferente, dentro del intervalo de 2 a 100 veces y, de manera más preferente, dentro del intervalo de 5 a 50 veces. Tal como se ha descrito anteriormente, la reacción es una reacción de equilibrio y se lleva a cabo, de manera preferente, mientras se extrae cualquier agua generada. Se puede utilizar un procedimiento conocido para extraer el agua. Entre los ejemplos de dichos procedimientos para extraer agua se incluyen la separación por membrana, la utilización de agentes deshidratantes y la destilación. Un ejemplo de separación por membrana implica la pervaporación con una fibra hueca, y se puede utilizar un agente deshidratante orgánico o un agente deshidratante inorgánico para el agente deshidratante. Entre los ejemplos de agentes deshidratantes orgánicos se incluyen compuestos de acetal, compuestos de cetil y compuestos de ortoéster, mientras que entre los ejemplos de agentes deshidratantes inorgánicos que se pueden utilizar se incluyen un tamiz molecular. En el caso de utilizar la destilación, se utilizan un alcohol y/o un ácido carboxílico que tienen un punto de ebullición mayor que el agua a presión normal para el alcohol reaccionado descrito anteriormente, y la reacción se lleva a cabo, de manera preferente, mientras se extrae el agua generada en la reacción fuera de la sistema en forma de un componente en fase gas. La temperatura de reacción es normalmente de temperatura ambiente (20°C) a 350°C (por ejemplo, de 80 a 180°C en el caso de que el compuesto reaccionado sea un alcohol), y aunque es preferente una temperatura de reacción elevada para aumentar la velocidad de reacción, ya que existen casos en los que se producen reacciones indeseables, tal como la descomposición, a temperaturas elevadas, disminuyendo de este modo el rendimiento, la reacción se lleva a cabo, de manera preferente, dentro de un intervalo de 100 a 160°C. Se puede instalar un aparato de enfriamiento o un aparato de calentamiento conocidos en el recipiente de reacción con el fin de mantener una temperatura de reacción constante. Además, aunque varía según los tipos de compuestos utilizados, la temperatura de reacción y similares, la presión de reacción puede ser una presión reducida, una presión normal o una presión aumentada, y la reacción se lleva a cabo normalmente dentro del intervalo de 20 a 1×10^6 Pa. No existen limitaciones particulares sobre el tiempo de reacción (tiempo de residencia en el caso de un procedimiento continuo) y es normalmente de 0,001 a 50 horas, de manera preferente de 0,01 a 10 horas y, de manera más preferente, de 0,1 a 2 horas. En las presentes realizaciones, aunque no se requiere necesariamente utilizar un disolvente de reacción, se puede utilizar un disolvente inerte adecuado para el disolvente de reacción con el fin de facilitar el procedimiento de reacción, entre los ejemplos de los cuales se incluyen éteres, hidrocarburos alifáticos e hidrocarburos aromáticos. Se pueden utilizar un recipiente de reacción de tipo de depósito, un recipiente de reacción de tipo torre o una columna de destilación conocidos para el recipiente de reacción, y aunque se pueden utilizar materiales conocidos para los materiales del recipiente de reacción y tubos, siempre que no tengan un efecto perjudicial sobre las sustancias de partida o los compuestos reaccionados, materiales, tales como SUS304, SUS316 y SUS316L son económicos y se pueden utilizar de manera preferente.

En el caso de que el compuesto reaccionado sea un anhídrido de ácido o un éster de ácido carbónico, aunque no es necesario un agente deshidratante, tal como se ha mencionado anteriormente, ya que esta reacción no da lugar a la generación de agua, las demás condiciones son las mismas que en el caso de utilizar un alcohol y/o un ácido carboxílico, tal como se ha descrito anteriormente.

Dado que la reacción en el caso de que el compuesto reaccionado sea un haluro de hidrógeno también da lugar a la generación de agua, se lleva a cabo, de manera preferente, mientras se extrae el agua generada. El haluro de hidrógeno también se puede utilizar en estado gaseoso y también se puede utilizar haluro de hidrógeno en forma de una solución acuosa. Las condiciones de reacción y la temperatura de reacción son las mismas que en el caso de utilizar un alcohol y/o un ácido carboxílico, tal como se ha descrito anteriormente.

<Compuestos de éster>

Aunque el catalizador de dialquil estaño utilizado en las presentes realizaciones se refiere a un compuesto orgánico de estaño que muestra acción catalítica en la producción de compuestos de éster, el término "compuesto de éster", tal como se utiliza en las presentes realizaciones, se refiere a éster de ácido carboxílico, éster de ácido carbamínico, isocianato o éster de ácido carbónico.

Entre los ejemplos de ésteres de ácido carboxílico se incluyen ésteres de ácidos carboxílicos alifáticos, tales como acetato de etilo, acetato de propilo (isómeros), acetato de butilo (isómeros), acetato de pentilo (isómeros), acetato de hexilo (isómeros), acetato de cetilo, acetato de vinilo, acetato de 2-etilbutilo, acetato de 2-etilhexilo, acetato de 2-hidroxietilo, acetato de 2-metoxietilo, diacetato de metileno, diacetato de etileno, diacetina, triacetina, propionato de metilo, propionato de etilo, butirato de metilo, butirato de etilo, butirato de butilo, butirato de isoamilo, butirato de vinilo, hexanoato de etilo, hexanoato de vinilo, heptanoato de etilo, octanoato de etilo, nonanoato de etilo o similares; y ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, tales como benzoato de metilo, benzoato de etilo, benzoato de dietilo, benzoato de bencilo, dibenzoato de etileno, ftalato de dietilo o similares.

Entre los ejemplos de ésteres de ácido carbamínico se incluyen N-metilcarbamato de etilo, N,N'-etilidencarbamato de dietilo, N-acetilcarbamato de etilo, éster dimetílico del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico, éster dietílico del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico, éster dibutílico del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros), éster dipentílico del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros), éster dihexílico del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros), éster dioctílico del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros), éster didecílico del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros), éster difenílico del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros), éster di(metilfenílico) del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros), éster bis(dimetilfenílico) del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros), éster bis(dibutylfenílico) del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros), éster bis(dipentylfenílico) del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros), éster bis(dioctylfenílico) del ácido N,N'-hexanodiil-bis-carbamínico (isómeros) o similares.

Entre los ejemplos de ésteres de ácido isocianúico se incluyen isocianato de etilo, isocianato de propilo (incluyendo isómeros), isocianato de butilo (isómeros), isocianato de pentilo (isómeros), isocianato de hexilo (isómeros), isocianato de heptilo (isómeros), isocianato de octilo (isómeros), isocianato de nonilo (isómeros), isocianato de decilo (isómeros), isocianato de fenilo (isómeros), isocianato de metilfenilo (isómeros), isocianato de etilfenilo (isómeros), isocianato de butilfenilo (isómeros), isocianato de pentilfenilo (isómeros), isocianato de hexilfenilo (isómeros), isocianato de dimetilfenilo (isómeros), isocianato de dietilfenilo (isómeros), isocianato de dibutilfenilo (isómeros), isocianato de naftilo (isómeros), diisocianato de hexametileno o similares.

Entre los ejemplos de ésteres de ácido carbónico se incluyen ésteres de ácido carbónico alifáticos, tales como carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo (isómeros), carbonato de dibutilo (isómeros), carbonato de dipentilo (isómeros), carbonato de dihexilo (isómeros), carbonato de dipentilo (isómeros), carbonato de dioctilo (isómeros), carbonato de dinonilo (isómeros) o similares; y ésteres de ácido carbónico aromáticos, tales como carbonato de difenilo, carbonato de di(metilfenilo) (isómeros), carbonato de di(etilfenilo), carbonato de di(butilfenilo) (isómeros) o similares.

Entre estos compuestos de éster, son preferentes los ésteres de ácido carbónico.

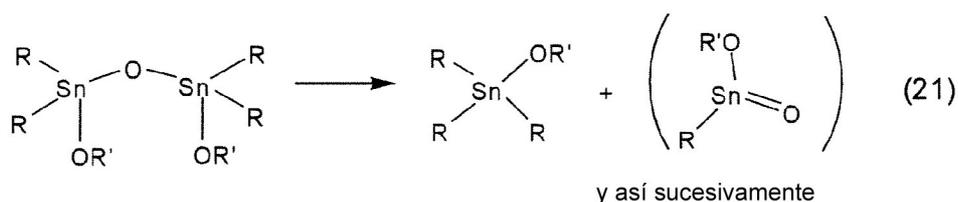
Además, la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño formadas durante el procedimiento para producir ésteres de ácido carbónico a partir de dióxido de carbono y el catalizador de dialquil estaño se utiliza, de manera preferente, para la composición de formas desactivados del catalizador de dialquil estaño en las presentes realizaciones.

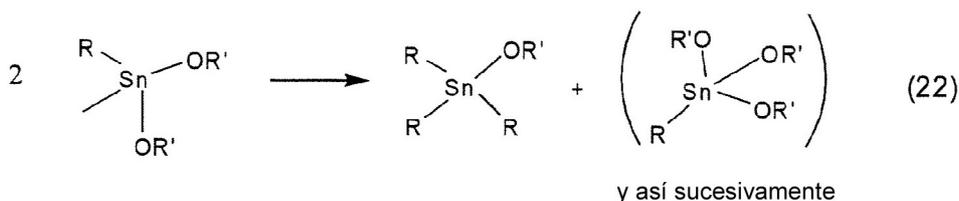
<Forma desactivada>

En la presente descripción, la expresión "forma desactivada del catalizador de dialquil estaño" se utiliza en relación al catalizador de dialquil estaño mencionado anteriormente, a continuación, se proporciona una explicación de esta expresión.

Las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño en las presentes realizaciones se refieren a compuestos orgánicos de estaño generados a partir del catalizador de dialquil estaño mencionado anteriormente que tienen una estructura que difiere de dicho catalizador de dialquil estaño, y en las que la acción catalítica en la producción de dichos compuestos de éster se reduce en comparación con el catalizador de dialquil estaño.

Las formas desactivadas de dicho catalizador de dialquil estaño son, de manera preferente, formas desactivadas con calor del catalizador de dialquil estaño. En muchos casos, el número de grupos alquilo unidos al átomo de estaño en dichas formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño cambia a 0, 1, 3 ó 4. A saber, tal como se ha definido anteriormente, aunque el catalizador de dialquil estaño tiene dos grupos alquilo unidos al único átomo de estaño, una forma desactivada es un compuesto orgánico de estaño que procede del catalizador de dialquil estaño, en el que el número de grupos alquilo unidos al único átomo de estaño es distinto del del catalizador de dialquil estaño. Se supone que las formas desactivadas de catalizadores de dialquil estaño se forman según una reacción de desproporción mostrada en la siguiente fórmula (21) en el caso de que el catalizador sea tetraalquil dialcoxi diestannoxano, o según la siguiente fórmula (22) en el caso de que el catalizador sea un dialcóxido de dialquil estaño:





(en las que cada uno de R y R' representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono).

5 Aunque es difícil identificar las estructuras de todas las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, como mínimo, un tipo de dichas formas desactivadas es un compuesto de trialquil estaño indicado a continuación. Por ejemplo, existen muchos casos en los que el compuesto de trialquil estaño representado por la siguiente fórmula (23) está contenido en un catalizador de dialquil estaño desactivado y se forma en aproximadamente la mitad de la cantidad de dicha forma desactivada con respecto a la proporción estequiométrica. El compuesto de trialquil estaño, tal como se denomina en las presentes realizaciones, se refiere a un compuesto orgánico de estaño en el que tres grupos alquilo están unidos al átomo de estaño, y dichos grupos alquilo proceden de un catalizador de dialquil estaño:



(en la que cada uno de R¹⁶, R¹⁷, R¹⁸ y X representan grupos que proceden del catalizador de dialquil estaño, R¹⁶, R¹⁷ y R¹⁸ se seleccionan entre R¹, R², R³, R⁴, R⁵ y R⁶, y X se selecciona entre X¹, X², X³ y X⁴).

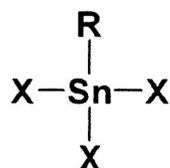
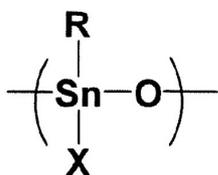
20 Entre los ejemplos de dichos compuestos de trialquil estaño se incluyen trialquil-alcoxi estaño, tales como trimetil-metoxi estaño, trimetil-etoxi estaño, trimetil-propoxi estaño (isómeros), trimetil-butoxi estaño (isómeros), trimetil-pentiloxi estaño (isómeros), trimetil-hexiloxi estaño (isómeros), trimetil-heptiloxi estaño (isómeros), trimetil-octiloxi estaño (isómeros), butil-dimetil-metoxi estaño (isómeros), butil-dimetil-etoxi estaño (isómeros), butil-dimetil-propoxi estaño (isómeros), butil-dimetil-butoxi estaño (isómeros), butil-dimetil-pentiloxi estaño (isómeros), butil-dimetil-hexiloxi estaño (isómeros), butil-dimetil-heptiloxi estaño (isómeros), butil-dimetil-octiloxi estaño (isómeros), butil-dimetil-noniloxi estaño (isómeros), butil-dimetil-deciloxi estaño (isómeros), dibutil-metil-metoxi estaño (isómeros), dibutil-metil-etoxi estaño (isómeros), dibutil-metil-propoxi estaño (isómeros), dibutil-metil-butoxi estaño (isómeros), dibutil-metil-pentiloxi estaño (isómeros), dibutil-metil-hexiloxi estaño (isómeros), dibutil-metil-heptiloxi estaño (isómeros), dibutil-metil-octiloxi estaño (isómeros), butil-dietil-metoxi estaño (isómeros), butil-dietil-etoxi estaño (isómeros), butil-dietil-propoxi estaño (isómeros), butil-dietil-butoxi estaño (isómeros), butil-dietil-pentiloxi estaño (isómeros), butil-dietilhexiloxi estaño (isómeros), butil-dietil-heptiloxi estaño (isómeros), butil-dietil-octiloxi estaño (isómeros), dibutil-etil-metoxi estaño (isómeros), dibutil-etil-etoxi estaño (isómeros), dibutil-etil-propoxi estaño (isómeros), dibutil-etil-pentiloxi estaño (isómeros), dibutil-etil-hexiloxi estaño (isómeros), dibutil-etil-heptiloxi estaño (isómeros), dibutil-etil-octiloxi estaño (isómeros), butil-dipropil-metoxi estaño (isómeros), butil-dipropil-etoxi estaño (isómeros), butil-dipropil-propoxi estaño (isómeros), butil-dipropil-butoxi estaño (isómeros), butil-dipropil-pentiloxi estaño (isómeros), butil-dipropil-hexiloxi estaño (isómeros), butil-dipropil-heptiloxi estaño (isómeros), butil-dipropil-octiloxi estaño (isómeros), dibutil-propil-metoxi estaño (isómeros), dibutil-propil-etoxi estaño (isómeros), dibutil-propil-propoxi estaño (isómeros), dibutil-propil-butoxi estaño (isómeros), dibutil-propil-pentiloxi estaño (isómeros), dibutil-propil-hexiloxi estaño (isómeros), dibutil-propil-heptiloxi estaño (isómeros), dibutil-propil-octiloxi estaño (isómeros), tributil-metoxi estaño (isómeros), tributil-etoxi estaño (isómeros), tributil-propoxi estaño (isómeros), tributil-butoxi estaño (isómeros), tributil-pentiloxi estaño (isómeros), tributil-hexiloxi estaño (isómeros), tributil-heptiloxi estaño (isómeros), tributil-octiloxi estaño (isómeros), octil-dimetil-metoxi estaño (isómeros), octil-dimetil-etoxi estaño (isómeros), octil-dimetil-propoxi estaño (isómeros), octil-dimetil-butoxi estaño (isómeros), octil-dimetil-pentiloxi estaño (isómeros), octil-dimetil-hexiloxi estaño (isómeros), octil-dimetil-heptiloxi estaño (isómeros), octil-dimetil-octiloxi estaño (isómeros), octil-dimetil-noniloxi estaño (isómeros), octil-dimetil-deciloxi estaño (isómeros), dioctil-metil-metoxi estaño (isómeros), dioctil-metil-etoxi estaño (isómeros), dioctil-metil-propoxi estaño (isómeros), dioctil-metil-butoxi estaño (isómeros), dioctil-metil-pentiloxi estaño (isómeros), dioctil-metil-hexiloxi estaño (isómeros), dioctil-metil-heptiloxi estaño (isómeros), dioctil-metil-octiloxi estaño (isómeros), octil-dietil-metoxi estaño (isómeros), octil-dietil-etoxi estaño (isómeros), octil-dietil-propoxi estaño (isómeros), octil-dietil-butoxi estaño (isómeros), octil-dietil-pentiloxi estaño (isómeros), octil-dietil-hexiloxi estaño (isómeros), octil-dietil-heptiloxi estaño (isómeros), octil-dietil-octiloxi estaño (isómeros), dioctil-etil-metoxi estaño (isómeros), dioctil-etil-etoxi estaño (isómeros), dioctil-etil-propoxi estaño (isómeros), dioctil-etil-butoxi estaño (isómeros), dioctil-etil-pentiloxi estaño (isómeros), dioctil-etil-hexiloxi estaño (isómeros), dioctil-etil-heptiloxi estaño (isómeros), dioctil-etil-octiloxi estaño (isómeros), octil-dipropil-metoxi estaño (isómeros), octil-dipropil-etoxi estaño (isómeros), octil-dipropil-propoxi estaño (isómeros), octil-dipropil-butoxi estaño (isómeros), octil-dipropil-pentiloxi estaño (isómeros), octil-dipropil-hexiloxi estaño (isómeros), octil-dipropil-heptiloxi estaño (isómeros), octil-dipropil-octiloxi estaño (isómeros), dioctil-propil-metoxi estaño (isómeros), dioctil-propil-etoxi

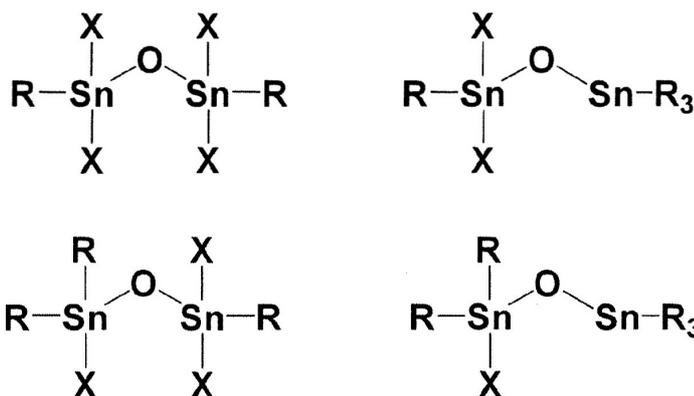
- estaño (isómeros), dioctil-propil-propoxi estaño (isómeros), dioctil-propil-butoxi estaño (isómeros), dioctil-propil-pentiloxi estaño (isómeros), dioctil-propil-hexiloxi estaño (isómeros), dioctil-propil-heptiloxi estaño (isómeros), dioctil-propil-octiloxi estaño (isómeros), octil-dibutil-metoxi estaño (isómeros), octil-dibutil-etoxi estaño (isómeros), octil-dibutil-propoxi estaño (isómeros), octil-dibutil-butoxi estaño (isómeros), octil-dibutil-pentiloxi estaño (isómeros), octil-dibutil-hexiloxi estaño (isómeros), octil-dibutil-heptiloxi estaño (isómeros), octil-dibutil-octiloxi estaño (isómeros), dioctil-butil-metoxi estaño (isómeros), dioctil-butil-etoxi estaño (isómeros), dioctil-butil-propoxi estaño (isómeros), dioctil-butil-butoxi estaño (isómeros), dioctil-butil-pentiloxi estaño (isómeros), dioctil-butil-hexiloxi estaño (isómeros), dioctil-butil-heptiloxi estaño (isómeros), dioctil-butil-octiloxi estaño (isómeros), trioctil-metoxi estaño (isómeros), trioctil-etoxi estaño (isómeros), trioctil-propoxi estaño (isómeros), trioctil-butoxi estaño (isómeros), trioctil-pentiloxi estaño (isómeros), trioctil-hexiloxi estaño (isómeros), trioctil-heptiloxi estaño (isómeros), trioctil-octiloxi estaño (isómeros) o similares; trialquil-aciloxi estaño, tales como trimetil-acetoxi estaño, trimetil-propioniloxi estaño (isómeros), trimetil-butililoxi estaño (isómeros), trimetil-valeriloxi estaño (isómeros), trimetil-lauroiloxi estaño (isómeros), butil-dimetil-acetoxi estaño (isómeros), butil-dimetil-propioniloxi estaño (isómeros), butil-dimetil-butililoxi estaño (isómeros), butil-dimetil-valeriloxi estaño (isómeros), butil-dimetil-lauroiloxi estaño (isómeros), dibutil-metil-acetoxi estaño (isómeros), dibutil-metil-propioniloxi estaño (isómeros), dibutil-metil-butililoxi estaño (isómeros), dibutil-metil-valeriloxi estaño (isómeros), dibutil-metil-lauroiloxi estaño (isómeros), butil-dietil-acetoxi estaño (isómeros), butil-dietil-propioniloxi estaño (isómeros), butil-dietil-butililoxi estaño (isómeros), butil-dietil-valeriloxi estaño (isómeros), butil-dietil-lauroiloxi estaño (isómeros), dibutil-etil-acetoxi estaño (isómeros), dibutil-etil-propioniloxi estaño (isómeros), dibutil-etil-butililoxi estaño (isómeros), dibutil-etil-valeriloxi estaño (isómeros), dibutil-etil-lauroiloxi estaño (isómeros), butil-dipropil-acetoxi estaño (isómeros), butil-dipropil-propioniloxi estaño (isómeros), butil-dipropil-butililoxi estaño (isómeros), butil-dipropil-valeriloxi estaño (isómeros), butil-dipropil-lauroiloxi estaño (isómeros), dibutil-propil-acetoxi estaño (isómeros), dibutil-propil-propioniloxi estaño (isómeros), dibutil-propil-butililoxi estaño (isómeros), dibutil-propil-valeriloxi estaño (isómeros), dibutil-propil-lauroiloxi estaño (isómeros), tributil-acetoxi estaño (isómeros), tributil-propioniloxi estaño (isómeros), tributil-butililoxi estaño (isómeros), tributil-valeriloxi estaño (isómeros), tributil-lauroiloxi estaño (isómeros), octil-dimetil-acetoxi estaño (isómeros), octil-dimetil-propioniloxi estaño (isómeros), octil-dimetil-butililoxi estaño (isómeros), octil-dimetil-valeriloxi estaño (isómeros), octil-dimetil-lauroiloxi estaño (isómeros), dioctil-metil-acetoxi estaño (isómeros), dioctil-metil-propioniloxi estaño (isómeros), dioctil-metil-butililoxi estaño (isómeros), dioctil-metil-lauroiloxi estaño (isómeros), octil-dietil-acetoxi estaño (isómeros), octil-dietil-propioniloxi estaño (isómeros), octil-dietil-butililoxi estaño (isómeros), octil-dietil-valeriloxi estaño (isómeros), octil-dietil-lauroiloxi estaño (isómeros), dioctil-etil-acetoxi estaño (isómeros), dioctil-etil-propioniloxi estaño (isómeros), dioctil-etil-butililoxi estaño (isómeros), dioctil-etil-valeriloxi estaño (isómeros), dioctil-etil-lauroiloxi estaño (isómeros), octil-dipropil-acetoxi estaño (isómeros), octil-dipropil-propioniloxi estaño (isómeros), octil-dipropil-butililoxi estaño (isómeros), octil-dipropil-valeriloxi estaño (isómeros), octil-dipropil-lauroiloxi estaño (isómeros), dioctil-propil-acetoxi estaño (isómeros), dioctil-propil-propioniloxi estaño (isómeros), dioctil-propil-butililoxi estaño (isómeros), dioctil-propil-valeriloxi estaño (isómeros), dioctil-propil-lauroiloxi estaño (isómeros), trioctil-acetoxi estaño (isómeros), trioctil-propioniloxi estaño (isómeros), trioctil-butililoxi estaño (isómeros), trioctil-valeriloxi estaño (isómeros), trioctil-lauroiloxi estaño (incluyendo isómeros) o similares; y, haluro de trialquil estaño, tales como trimetilcloro estaño, trimetilbromo estaño, butil-dimetilcloro estaño, butil-dimetilbromo estaño (isómeros), dibutil-metilcloro estaño (isómeros), dibutil-metilbromo estaño (isómeros), butil-dietilcloro estaño (isómeros), butil-dietilbromo estaño (isómeros), dibutil-etilcloro estaño (isómeros), dibutil-etilbromo estaño (isómeros), butil-dipropilcloro estaño (isómeros), butil-dipropilbromo estaño (isómeros), dibutil-propilcloro estaño (isómeros), dibutil-propilbromo estaño (isómeros), tributilcloro estaño (isómeros), tributilbromo estaño (isómeros), octil-dimetilcloro estaño (isómeros), octil-dimetilbromo estaño (isómeros), dioctil-metilcloro estaño (isómeros), dioctil-metilbromo estaño (isómeros), octil-dietilcloro estaño (isómeros), octil-dietilbromo estaño (isómeros), dioctil-etilcloro estaño (isómeros), dioctil-etilbromo estaño (isómeros), octil-dipropilcloro estaño (isómeros), octil-dipropilbromo estaño (isómeros), dioctil-propilcloro estaño (isómeros), dioctil-propilbromo estaño (isómeros), trioctilcloro estaño (isómeros), trioctilbromo estaño (isómeros) o similares.
- Además del compuesto de trialquil estaño representado por la fórmula (23) mencionada anteriormente, los componentes de estaño que tienen un punto de ebullición elevado (por ejemplo, 250°C o superior a 50 Pa) y una estructura no identificable están incluidos en las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño. Dichos componentes de estaño que tienen el punto de ebullición elevado y una estructura no identificable se pueden caracterizar por el desplazamiento químico que se encuentra del mismo en un espectro de ^{119}Sn -RMN. A saber, como mínimo, una forma desactivada del catalizador de dialquil estaño es un compuesto orgánico de estaño que tiene un átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico que se encuentra de -220 a -610 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se analiza mediante ^{119}Sn -RMN en una solución de cloroformo pesado. En otras palabras, las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño son compuestos de trialquil estaño (los compuestos de trialquil estaño utilizados en el presente documento se refieren a compuestos orgánicos de estaño en los que tres grupos alquilo están unidos al átomo de estaño y dichos grupos alquilo son grupos alquilo que proceden del catalizador de dialquil estaño) y compuestos orgánicos de estaño que contienen un átomo de estaño que muestran un desplazamiento químico que se encuentra de -220 a -610 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se analizan mediante ^{119}Sn -RMN en una solución de cloroformo pesado.
- El catalizador de dialquil estaño representado por la fórmula (7) y/o la fórmula (8) tiene un átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico que se encuentra de 200 a -200 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se

analiza mediante ^{119}Sn -RMN en una solución de cloroformo pesado, y como resultado de la desactivación del catalizador de dialquil estaño por desnaturalización, se detecta un componente de estaño que tiene el átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico que se encuentra dentro del intervalo mencionado anteriormente. Dado que la composición de formas desactivadas tiene una pluralidad de señales dentro de dicho intervalo de -220 a -610 ppm en casi todos los casos, se supone que, no sólo el óxido de monoalquilalcoxi estaño y el monoalquil-trialcoxi estaño representados por la fórmula (21) y/o la fórmula (22), sino también otras estructuras, están contenidas en la composición de formas desactivadas en la mayoría de los casos. Sin embargo, aunque la composición de formas desactivadas está compuesta de compuestos que tienen una estructura indeterminada de esta manera, se descubrió sorprendentemente que la utilización del procedimiento de las presentes realizaciones permite la producción del compuesto de dialquil estaño, lo que conduce a realizar la presente invención.

Tal como se ha descrito anteriormente, las estructuras detalladas de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño que contiene el átomo de estaño caracterizadas por un desplazamiento químico en ^{119}Sn -RMN no son claras. Por otro lado, dado que los compuestos de trialquil estaño están contenidos en las formas desactivadas, tal como se ha descrito anteriormente, se puede asumir, por ejemplo, que los compuestos de monoalquil estaño están contenidos tal como se muestra en la fórmula (21) y/o la fórmula (22) teniendo en cuenta el equilibrio de grupos alquilo. En el presente documento, los compuestos de monoalquil estaño son compuestos orgánicos de estaño en los que un grupo alquilo que procede del catalizador de dialquil estaño está unido a un solo átomo de estaño. Entre los ejemplos de compuestos de monoalquil estaño se incluyen óxidos de monoalquilalcoxi estaño, tales como óxido de metil-metoxi estaño, óxido de metil-etoxi estaño, óxido de metil-propoxi estaño (isómeros), óxido de metil-butoxi estaño (isómeros), óxido de metil-pentiloxi estaño (isómeros), óxido de metil-hexiloxi estaño (isómeros), óxido de metil-heptiloxi estaño (isómeros), óxido de metil-octiloxi estaño (isómeros), óxido de butil-metoxi estaño (isómeros), óxido de butil-etoxi estaño (isómeros), óxido de butil-propoxi estaño (isómeros), óxido de butil-butoxi estaño (isómeros), óxido de butil-pentiloxi estaño (isómeros), óxido de butil-hexiloxi estaño (isómeros), óxido de butil-heptiloxi estaño (isómeros), óxido de butil-octiloxi estaño (isómeros), óxido de octil-metoxi estaño (isómeros), óxido de octil-etoxi estaño (isómeros), óxido de octil-propoxi estaño (isómeros), óxido de octil-butoxi estaño (isómeros), óxido de octil-pentiloxi estaño (isómeros), óxido de octil-hexiloxi estaño (isómeros), óxido de octil-heptiloxi estaño (isómeros), óxido de octil-octiloxi estaño (isómeros) o similares; monoalquil-trialcoxi estaño, tal como metil-trimetoxi estaño, metil-trietoxi estaño, metil-tripropoxi estaño (isómeros), metil-tributoxi estaño (isómeros), metil-tripentiloxi estaño (isómeros), metil-trihexiloxi estaño (isómeros), metil-triheptiloxi estaño (isómeros), metil-trioctiloxi estaño (isómeros), butil-trimetoxi estaño (isómeros), butil-trietoxi estaño (isómeros), butil-tripropoxi estaño (isómeros), butil-tributoxi estaño (isómeros), butil-tripentiloxi estaño (isómeros), butil-trihexiloxi estaño (isómeros), butil-triheptiloxi estaño (isómeros), butil-trioctiloxi estaño (isómeros), octil-trimetoxi estaño (isómeros), octil-trietoxi estaño (isómeros), octil-tripropoxi estaño (isómeros), octil-tributoxi estaño (isómeros), octil-tripentiloxi estaño (isómeros), octil-trihexiloxi estaño (isómeros), octil-triheptiloxi estaño (isómeros), octil-trioctiloxi estaño (isómeros) o similares; óxido de monoalquil-aciloxi estaño, tal como óxido de metil-acetoxi estaño, óxido de metil-propioniloxi estaño (isómeros), óxido de metil-butililoxi estaño (isómeros), óxido de metil-valerilo estaño (isómeros), óxido de metil-lauroiloxi estaño (isómeros), óxido de butil-acetoxi estaño, óxido de butil-propioniloxi estaño (isómeros), óxido de butil-butililoxi estaño (isómeros), óxido de butil-valerilo estaño (isómeros), óxido de butil-lauroiloxi estaño (isómeros), óxido de octil-acetoxi estaño (isómeros), óxido de octil-propioniloxi estaño (isómeros), óxido de octil-butililoxi estaño (isómeros), óxido de octil-valerilo estaño (isómeros), óxido de octil-lauroiloxi estaño (isómeros) o similares; monoalquil-triaciloxi estaño, tal como metil-triacetoxi estaño, metil-tripropioniloxi estaño (isómeros), metil-tributililoxi estaño (isómeros), metil-trivaleriloxi estaño (isómeros), metil-trilauroiloxi estaño (isómeros), butil-triacetoxi estaño (isómeros), butil-tripropioniloxi estaño (isómeros), butil-tributililoxi estaño (isómeros), butil-trivaleriloxi estaño (isómeros), butil-trilauroiloxi estaño (isómeros), octil-triacetoxi estaño (isómeros), octil-tripropioniloxi estaño (isómeros), octil-tributililoxi estaño (isómeros), octil-trivaleriloxi estaño (isómeros), octil-trilauroiloxi estaño (isómeros) o similares; y, óxidos de monoalquil haluro estaño, tales como óxido de metilcloro estaño, óxido de metilbromo estaño, óxido de butilcloro estaño, óxido de butilbromo estaño, óxido de octilcloro estaño, óxido de octilbromo estaño o similares.

Se puede suponer fácilmente que las estructuras de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño adoptan estructuras distintas de las de los ejemplos mencionados anteriormente. Además, los compuestos se pueden formar también con una unidad en la que dos grupos alquilo están unidos a estaño y una unidad en la que un número entero de grupos alquilo distintos de dos están unidos a estaño (unidades de componentes de las formas desactivadas) como resultado de la formación de un esqueleto de estannoxano. Las estructuras de las supuestas formas desactivadas y/o formas desactivadas que contienen unidades de componentes de las formas desactivadas se muestran, a continuación, junto con los ejemplos mencionados anteriormente:





(en las que, R y X son grupos que proceden del catalizador de dialquil estaño, R se selecciona entre R¹, R², R³, R⁴, R⁵ y R⁶, y X se selecciona entre X¹, X², X³ y X⁴).

5 La composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, tal como se denomina en las presentes realizaciones, se refiere a una composición que contiene las formas desactivadas mencionadas anteriormente. A saber, ésta puede ser una mezcla del catalizador de dialquil estaño y formas desactivadas de dicho catalizador de dialquil estaño, o una composición que comprende sólo las formas desactivadas. Además, también puede ser un
10 componente en el que una forma desactivada (a saber, un compuesto orgánico de estaño que procede del catalizador de dialquil estaño, en el que el número de grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño difiere del del catalizador de dialquil estaño) y un componente, en el que el número de grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño es dos, están unidos covalentemente, tal como se ha descrito anteriormente. Una composición de formas desactivadas capaz de utilizarse, de manera preferente, en las presentes realizaciones se refiere a una composición
15 de formas desactivadas que tiene un contenido en % molar de formas desactivadas, en las que el número de grupos alquilo unidos al átomo de estaño de un compuesto de alquil estaño es un número distinto de dos, del 10% molar o más, de manera preferente, del 30% molar o más y, de manera más preferente, del 50% molar o más basándose en el número total de moles de átomos de estaño de los compuestos de alquil estaño contenidos en una composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño y dichas formas desactivadas se acumulan y/o concentran.

20 Aunque el catalizador de dialquil estaño, tetraalquil estaño, óxido de estaño (SnO₂) y similares pueden estar contenidos en la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, dependiendo del caso, estos compuestos pueden estar contenidos en un grado que no viola el significado de la presente invención.

25 Además, también se pueden llevar a cabo una reacción de redistribución de grupos alquilo y/o una reacción de desalquilación, que se describirán posteriormente, utilizando una composición que contiene los compuestos de trialquil estaño y se separa un compuesto que contiene compuestos que contienen el átomo de estaño que muestran un desplazamiento químico que se encuentra de -220 a -610 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se analiza mediante ¹¹⁹Sn-RMN en una solución de cloroformo pesado, de una composición de formas desactivadas de un
30 catalizador de dialquil estaño.

Se puede utilizar, como mínimo, un procedimiento seleccionado entre separación por destilación, separación por extracción y separación por membrana como procedimiento para separar la composición que contiene los compuestos de trialquil estaño y la composición que contiene compuestos que contienen el átomo de estaño que muestran un desplazamiento químico que se encuentra de -220 a -610 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se analiza mediante ¹¹⁹Sn-RMN en una solución de cloroformo pesado, de la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, y, de manera particularmente preferente, se utiliza la separación por destilación.

<Composición de formas desactivadas de catalizador de dialquil estaño>

40 Se puede utilizar una composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño obtenida durante el procedimiento para producir éster de ácido carbónico utilizando el catalizador de dialquil estaño y, en particular, una composición que contiene formas desactivadas del catalizador de alcóxido de dialquil estaño obtenida durante el procedimiento para producir éster de ácido carbónico mediante la reacción entre el catalizador de alcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono, para la composición de formas desactivadas de un catalizador de dialquil estaño utilizada en las presentes realizaciones. En el presente documento, el catalizador de alcóxido de dialquil estaño se refiere al dialquil-dialcoxi estaño y/o tetraalquil dialcoxi diestannoxano descritos anteriormente y, de manera preferente, se utiliza un compuesto seleccionado, como mínimo, entre un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende el compuesto de dialquil estaño representado por la fórmula (7) mencionada
45 anteriormente y el compuesto de tetraalquil diestannoxano representado por la fórmula (8) mencionada anteriormente, en la que X¹ y X² de la fórmula (7) y X³ y X⁴ de la fórmula (8) son grupos alcoxi. A continuación, se proporciona un ejemplo del procedimiento para producir un éster de ácido carbónico de esta manera.

En primer lugar, se pone en contacto el catalizador de dialcóxido de dialquil estaño con dióxido de carbono en una proporción estequiométrica de 1 a 50 basándose en el catalizador de dialcóxido de dialquil estaño dentro de un intervalo de presiones desde la presión normal hasta 200 MPa para formar una forma de adición de dióxido de carbono del catalizador de dialcóxido de dialquil estaño. A continuación, la forma de adición de dióxido de carbono del catalizador de dialcóxido de dialquil estaño se somete a descomposición térmica dentro de un intervalo de temperaturas de 20 a 300°C y un intervalo de tiempos de 10 minutos a 500 horas para obtener una mezcla que contiene el éster de ácido carbónico, catalizador de alcóxido de dialquil estaño y formas desactivadas del catalizador de alcóxido de dialquil estaño. En las presentes realizaciones, esta mezcla de éster de ácido carbónico, catalizador de alcóxido de dialquil estaño y formas desactivadas del catalizador de alcóxido de dialquil estaño se puede utilizar como una composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño. Además, también se puede utilizar una mezcla que contiene el éster de ácido carbónico, catalizador de alcóxido de dialquil estaño y formas desactivadas del catalizador de alcóxido de dialquil estaño, obtenida mediante la separación de la totalidad o una parte del éster de ácido carbónico de dicha mezcla mediante un procedimiento, tal como filtración, extracción con disolvente, destilación o separación por membrana, como la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño.

Además, la parte restante después de la recuperación del catalizador de dialcóxido de dialquil estaño de la mezcla que contiene el catalizador de dialcóxido de dialquil estaño producida mediante la reacción de éster de ácido carbónico con la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño obtenida durante el procedimiento para producir éster de ácido carbónico mediante la reacción del catalizador de alcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono, tal como se ha descrito anteriormente por los inventores de la presente invención (véase la publicación internacional No. WO 2007/097388), también se puede utilizar para la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño en las presentes realizaciones.

<Reacción de redistribución de grupos alquilo>

A continuación, se proporciona una explicación de la reacción de redistribución de grupos alquilo en las presentes realizaciones.

La reacción de redistribución de grupos alquilo en las presentes realizaciones es una reacción en la que dos o más tipos de compuestos orgánicos de estaño diferentes, en los que el número de grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño es dos o más, se hacen reaccionar para promediar el número de grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño, y dicha reacción de redistribución de grupos alquilo es una reacción de equilibrio. Aunque los detalles del mecanismo de reacción no son claros, se supone, como resultado de la reacción de un compuesto orgánico de estaño que tiene tres grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño con un compuesto orgánico de estaño en el que un grupo alquilo está unido a un solo átomo de estaño, que se forman compuestos orgánicos de estaño, en los que el número de grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño es dos, tal como en la siguiente fórmula (24):



(en la que R representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono e Y representa un grupo distinto de un grupo alquilo).

Esta reacción de redistribución de grupos alquilo tiene lugar como resultado de un tratamiento térmico de una mezcla de dos o más tipos de compuestos orgánicos en los que la diferencia del número de grupos alquilo que están unidos a un solo átomo de estaño es dos o más.

Este tratamiento térmico se lleva a cabo, de manera preferente, en un intervalo de temperatura de 20 a 300°C, y en el caso de desear acelerar la reacción u obtener una mayor concentración de la forma de dialquilo, es ventajoso aumentar la temperatura de reacción, de manera más preferente, de 50 a 280°C para desplazar el equilibrio hacia la derecha. Aunque es preferente una temperatura elevada del tratamiento térmico para aumentar la velocidad de reacción, dado que también se producen reacciones indeseables, tales como la descomposición y similares, a temperaturas elevadas que provocan de este modo una disminución en el rendimiento, la reacción se lleva a cabo, de manera incluso más preferente, en un intervalo de temperatura de 80 a 260°C. El tiempo de reacción puede llegar a ser excesivamente largo si la temperatura es inferior a 20°C, mientras que el rendimiento del compuesto de dialquil estaño puede disminuir debido a la desnaturalización de los compuestos orgánicos de estaño provocada por la descomposición y similares a una temperatura superior a 300°C. Aunque varía según los compuestos utilizados y el tiempo de tratamiento térmico, el tiempo de reacción es de 0,001 a 50 horas y, de manera preferente, de 0,01 a 10 horas y, teniendo en cuenta la productividad industrial, el tiempo de reacción se fija de 0,1 a 2 horas. La reacción se puede terminar cuando se obtiene el compuesto de dialquil estaño deseado según se determina mediante ¹¹⁹Sn-RMN y similares. Tal como se describirá más adelante, dado que se supone que la reacción de redistribución de grupos alquilo de las presentes realizaciones es una reacción de equilibrio, a efectos de obtener una mayor

concentración de compuesto de estaño, en el que el número de grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño es dos, la reacción se lleva a cabo dentro de un intervalo de concentración, de manera que la concentración de los productos es más elevada que la de los reactivos mediante la medición de las concentraciones en equilibrio de los compuestos utilizados frente a la temperatura, o de manera que la concentración del compuesto de dialquil estaño de los productos aumenta mediante la conversión de sustituyentes utilizando un procedimiento que se describirá más adelante. Además, en el caso de un tratamiento térmico a temperatura elevada (por ejemplo, 150°C o superior), existen casos en los que el rendimiento del compuesto de dialquil estaño disminuye si se requiere una cantidad excesiva de tiempo para el enfriamiento. Esto es porque el sistema de reacción intenta aproximarse a la concentración de equilibrio a una temperatura baja durante el transcurso del enfriamiento y, por lo tanto, es preferente enfriar rápidamente después del tratamiento térmico a una temperatura elevada. De manera preferente, se puede utilizar un procedimiento conocido para el procedimiento para enfriar el líquido de reacción y, de manera preferente, se pueden utilizar, por ejemplo, un procedimiento mediante la utilización de solución saturada de cloruro sódico o un procedimiento que comprende el lavado en un recipiente de reacción a baja presión desde el depósito de tratamiento térmico.

Esta reacción de redistribución de grupos alquilo también se puede llevar a cabo en presencia o ausencia de un catalizador de haluro de metal. Entre los ejemplos de catalizadores de haluro de metal se incluyen cloruro de estaño (II), cloruro de mercurio (II), cloruro de plomo (II), fluoruro de mercurio (II), fluoruro de plomo (II), fluoruro de estaño (II), yoduro de estaño (II), yoduro de plomo (II), yoduro de mercurio (II), bromuro de estaño (II), bromuro de mercurio (II), bromuro de plomo (II) o similares, y estos haluros de metal se pueden utilizar solos o se pueden utilizar dos o más tipos como una mezcla. Estos haluros de metal se pueden utilizar, de manera preferente, dentro del intervalo del 0,1 al 10% en peso basándose en la solución utilizada para el tratamiento térmico.

Aunque no se requiere la utilización de un disolvente para dicha reacción de redistribución de grupos alquilo, se puede utilizar un disolvente con el propósito de mejorar la fluidez o facilitar el procedimiento de la reacción. Entre los ejemplos de dichos disolventes se incluyen hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 5 a 16 átomos de carbono, éteres compuestos por hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono e hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 1 a 16 átomos de carbono. Entre los ejemplos específicos se incluyen hidrocarburos lineales y cíclicos seleccionados entre pentano (isómeros), hexano (isómeros), heptano (isómeros), octano (isómeros), nonano (isómeros), decano (isómeros), hexadecano (isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (isómeros), etilbenceno o similares; éteres seleccionados entre dietil éter, dipropil éter (isómeros), dibutil éter (isómeros), dihexil éter (isómeros), dioctil éter (isómeros), difenil éter o similares; e hidrocarburos halogenados seleccionados entre cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano, diclorobenceno (isómeros) o similares. Estos disolventes se pueden utilizar solos o se pueden utilizar dos o más tipos como una mezcla. Los disolventes se pueden utilizar con el propósito de mejorar la fluidez, facilitar el procedimiento de la reacción o extraer el agua de manera eficaz fuera del sistema en el caso de que dicha agua se genere en la reacción. Entre los ejemplos de dichos disolventes se incluyen hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen 5 a 16 átomos de carbono, éteres compuestos por hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono e hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 1 a 16 átomos de carbono. Entre los ejemplos específicos se incluyen hidrocarburos lineales y cíclicos seleccionados entre pentano (isómeros), hexano (isómeros), heptano (isómeros), octano (isómeros), nonano (isómeros), decano (isómeros), hexadecano (isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (isómeros), etilbenceno o similares; éteres seleccionados entre dietil éter, dipropil éter (isómeros), dibutil éter (isómeros), dihexil éter (isómeros), dioctil éter (isómeros), difenil éter o similares; e hidrocarburos halogenados seleccionados entre cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano, diclorobenceno (isómeros) o similares. Estos disolventes se pueden utilizar solos o se pueden utilizar dos o más tipos como una mezcla.

Además, también se puede obtener un compuesto de dialquil estaño mediante la realización de una reacción de desalquilación, que se describirá posteriormente, de manera simultánea a dicha reacción de redistribución de grupos alquilo.

Tal como se ha descrito anteriormente, se supone que dicha reacción de redistribución de grupos alquilo es una reacción de equilibrio. Como resultado de estudios exhaustivos realizados por los inventores de la presente invención, se descubrió sorprendentemente que si este equilibrio se desplaza hacia los reactivos o productos depende de los sustituyentes unidos al átomo de estaño y/o de la temperatura a la que se lleva a cabo dicha reacción de redistribución de grupos alquilo. En relación a los sustituyentes unidos al átomo de estaño, con respecto, por ejemplo, a un grupo alquilo distinto de los grupos alquilo que proceden del catalizador de dialquil estaño unidos al átomo de estaño, en el caso en el que el pKa del ácido conjugado de dicho grupo es de 0 a 6,8, se determinó que el equilibrio estaba desplazado hacia los productos en la mayoría de los casos, mientras que, por el contrario, en el caso en el que el pKa del ácido conjugado de dicho grupo es de 6,8 a 25, se determinó que el equilibrio estaba desplazado hacia los reactivos en la mayoría de los casos. Además, en el caso en el que el pKa del ácido conjugado es de 0 a 6,8, se encontró que el equilibrio estaba desplazado hacia la parte de los productos a medida que aumenta la temperatura.

A saber, basándose en el descubrimiento anterior, los inventores de la presente invención idearon un procedimiento

para regenerar un compuesto de dialquil estaño a partir de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño (o provocar la redistribución de grupos alquilo), conduciendo de este modo a la realización de la presente invención. En el caso en el que las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño tengan enlaces Sn-Y, se puede producir un compuesto de dialquil estaño mediante el tratamiento térmico de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño. En este caso, Y representa una Y en la que el pKa de HY, que es un ácido conjugado de Y en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8.

Por otra parte, en el caso en el que las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño no tengan enlaces Sn-Y, a saber, en el caso en el que el pKa de un ácido conjugado de un grupo distinto del grupo alquilo que procede del catalizador de dialquil estaño unido al átomo de estaño de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño sea de 6,9 a 25, se puede producir un compuesto de dialquil estaño mediante la realización de la etapa (A) descrita a continuación antes del tratamiento térmico.

Etapa (A): (etapa de conversión de sustituyentes) Una parte de los sustituyentes de dichas formas desactivadas, excluyendo los grupos alquilo que proceden del catalizador de dialquil estaño, se convierte en un sustituyente Y para obtener un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y.

En este caso, Y representa una Y en la que el pKa de HY, que es un ácido conjugado de Y en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8.

A continuación, se proporciona una explicación de la etapa (A).

La etapa (A) es una etapa en la que una composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño reacciona con un ácido representado por la siguiente fórmula (25) y/o un anhídrido de ácido representado por la siguiente fórmula (26) para producir un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y, en el que tres grupos alquilo y un grupo Y que proceden del ácido y/o el anhídrido de ácido están unidos a un solo átomo de estaño, y un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y, en el que un grupo alquilo y un número de grupos Y que proceden del ácido y/o el anhídrido de ácido, seleccionándose el número de grupos Y entre un número entero de 1 a 3, están unidos a un solo átomo de estaño.

Tal como se ha descrito anteriormente, para el ácido se utiliza, de manera preferente, un ácido representado por la siguiente fórmula (25):



(en la que Y representa Y en la que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8).

Para este ácido se puede utilizar un ácido orgánico o un ácido inorgánico. Entre los ejemplos de ácidos inorgánicos que se pueden utilizar se incluyen haluros de hidrógeno, ácidos halogenhídricos, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido fosfórico, ácido carbónico o similares, mientras que, de manera preferente, se utilizan haluros de hidrógeno y, de manera más preferente, se utiliza cloruro de hidrógeno. Entre los ejemplos de ácidos orgánicos que se pueden utilizar se incluyen ácidos carboxílicos, ácidos sulfónicos, ácidos sulfínicos, fenoles, enoles, tiofenoles, imidas, oximas, sulfonamidas aromáticas o similares, mientras que, de manera preferente, se utilizan ácidos carboxílicos, ácidos sulfónicos, ácidos sulfínicos y fenoles, y, de manera más preferente, se utilizan ácidos carboxílicos. Entre los ejemplos de ácidos carboxílicos se incluyen compuestos de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico, ácido hexanoico, ácido isocaproico, ácido 2-etilbutanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido heptanoico (isómeros), ácido octanoico (isómeros), ácido nonanoico (isómeros), ácido decanoico (isómeros), ácido undecanoico (isómeros), ácido dodecanoico (isómeros), ácido tetradecanoico (isómeros), ácido hexadecanoico (isómeros), ácido acrílico, ácido crótico, ácido isocrótico, ácido vinilacético, ácido metacrílico, ácido angélico, ácido tíglico, ácido alilacético, ácido undecenoico (isómeros) o similares; ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido heptanodioico (isómeros), ácido octanodioico (isómeros), ácido nonanodioico (isómeros), ácido decanodioico (isómeros), ácido maleico, ácido fumárico, ácido metilmaleico, ácido metilfumárico, ácido pentenodioico (isómeros), ácido itacónico, ácido alilmalónico o similares; ácidos tricarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como ácido 1,2,3-propantricarboxílico, ácido 1,2,3-propentricarboxílico, ácido 2,3-dimetilbutano-1,2,3-tricarboxílico o similares; compuestos de ácidos carboxílicos aromáticos, tales como ácido benzoico, ácido metilbenzoico (isómeros), ácido etilbenzoico (isómeros), ácido propilbenzoico (isómeros), ácido dimetilbenzoico (isómeros), ácido trimetilbenzoico (isómeros) o similares; compuestos de ácidos dicarboxílicos aromáticos, tales como ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido metilisoftálico (isómeros) o similares; y compuestos de ácidos tricarboxílicos aromáticos, tales como ácido hemimelítico, ácido trimelítico, ácido trimésico o similares. Entre estos ácidos carboxílicos, se utilizan, de manera preferente, los ácidos monocarboxílicos saturados, mientras que se utilizan, de manera más preferente, los ácidos monocarboxílicos saturados que tienen un punto de ebullición estándar de 300°C o menos, y se utilizan, de manera incluso más preferente, los ácidos monocarboxílicos saturados que tienen un punto de ebullición estándar de 250°C o menos. El punto de ebullición estándar se refiere a

la temperatura de ebullición a 1 atmósfera, tal como se ha descrito en la Enciclopedia química ("Encyclopedia Chimica") (publicada el 1 de octubre de 2003 por Kyoritsu Publishing Co., Ltd.). Más específicamente, se utilizan, de manera preferente, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido pivalico y ácido hexanoico.

Para el anhídrido de ácido en la etapa (A) se utiliza, de manera preferente, un anhídrido de ácido representado por la siguiente fórmula (26):



(en la que Y representa Y en la que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, y O representa un átomo de oxígeno).

Entre los ejemplos de dichos anhídridos de ácido se incluyen anhídridos de ácidos alifáticos, tales como anhídrido acético, anhídrido propiónico, anhídrido butírico, anhídrido isobutírico, anhídrido valérico, anhídrido isovalérico, anhídrido succínico, anhídrido maleico, anhídrido propiónico, anhídrido glutárico o similares; y anhídridos de ácidos aromáticos, tales como anhídrido benzoico, anhídrido ftálico, anhídrido piromelítico o similares. Entre éstos, se utilizan, de manera preferente, anhídridos de ácido que tienen un punto de ebullición estándar de 300°C o inferior y a efectos de facilitar la eliminación del anhídrido de ácido en exceso después de la reacción, de manera más preferente, se utilizan anhídridos de ácido que tienen un punto de ebullición estándar de 200°C o inferior. Además, el anhídrido maleico y el anhídrido acético son preferentes desde el punto de vista de facilitar la eliminación de subproductos, tales como ésteres de ácidos carboxílicos y haluros de acilo, fuera del sistema y la facilidad de adquisición industrial.

Aunque estos ácidos y anhídridos de ácido se pueden utilizar solos o mediante mezcla de una pluralidad de tipos, en el caso de utilizar ácido, existen muchos casos en los que se forma agua en el caso de hacer reaccionar ácido con formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño. Se puede llevar a cabo la separación por destilación o separación por membrana o se puede utilizar un agente de deshidratación para extraer dicha agua. Además, es preferente la utilización combinada de un anhídrido de ácido para el agente deshidratante. Además, en el caso de utilizar el anhídrido de ácido solo, dado que existen muchos casos en los que no se forma agua en la reacción entre el anhídrido de ácido y las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, también son preferentes los procedimientos que utilizan solamente anhídrido de ácido.

La cantidad de ácido y/o anhídrido de ácido utilizada está, de manera preferente, dentro de un intervalo estequiométrico de 0,1 a 50 veces basándose en el átomo de estaño contenido en la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño teniendo en cuenta la velocidad de reacción y el rendimiento final del compuesto de dialquil estaño en la etapa (A), y, de manera más preferente, dentro del intervalo de 0,5 a 20 veces teniendo en cuenta el tamaño del recipiente de reacción y la velocidad de reacción. En el caso de una proporción estequiométrica de menos de 0,1, existen casos en los que la reacción tiene dificultad para avanzar, mientras que, por el contrario, incluso en el caso de una proporción estequiométrica de 50 veces o más, existen muchos casos en los que no hay efectos sobre la velocidad de reacción o el rendimiento final del compuesto de dialquil estaño en dicha etapa.

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

Aunque no se requiere la utilización de un disolvente en la etapa (A), se puede utilizar un disolvente con el objetivo de mejorar la fluidez, facilitar el procedimiento de reacción o extraer el agua de manera eficaz fuera del sistema en el caso de que se genere agua en la reacción. Entre los ejemplos de dichos disolventes se incluyen hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 5 a 16 átomos de carbono, éteres compuestos por hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono, e hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 1 a 16 átomos de carbono. Entre los ejemplos específicos de disolventes que se pueden utilizar se incluyen hidrocarburos lineales o cíclicos seleccionados entre pentano (isómeros), hexano (isómeros), heptano (isómeros), octano (isómeros), nonano (isómeros), decano (isómeros), hexadecano (isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (isómeros), etilbenceno o similares; éteres seleccionados entre dietil éter, dipropil éter (isómeros), dibutil éter (isómeros), dihexil éter (isómeros), dioctil éter (isómeros), difenil éter o similares; e hidrocarburos halogenados seleccionados entre cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano, diclorobenceno (isómeros) o similares. Estos disolventes se pueden utilizar solos o se pueden utilizar dos o más tipos como una mezcla.

El procedimiento óptimo para producir el compuesto de dialquil estaño mediante la reacción de redistribución de

grupos alquilo de las presentes realizaciones, tal como se ha descrito anteriormente, comprende, de manera preferente, convertir un sustituyente de una composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, en el que el pKa de un ácido conjugado de dicho sustituyente del catalizador de dialquil estaño es de 6,8 a 25, en el Y mencionado anteriormente, seguido de un tratamiento térmico adicional a temperatura elevada. Dado que la reacción de redistribución de grupos alquilo de las presentes realizaciones es la reacción de equilibrio y basándose en las propiedades típicas de la reacción de equilibrio, la reacción de redistribución de grupos alquilo de las presentes realizaciones se lleva a cabo, de manera preferente, según el procedimiento descrito anteriormente utilizando la composición de formas desactivadas, en la que dichas formas desactivadas se han acumulado y/o concentrado hasta una concentración elevada (por ejemplo, la composición de formas desactivadas en la que el contenido de formas desactivadas, en la que el número de grupos alquilo unidos al átomo de estaño del compuesto de alquil estaño es un número distinto de 2 con respecto al número total de moles de estaño del compuesto de alquil estaño contenido en la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, cuando se representa como % molar, es del 10% molar o más, de manera preferente, del 30% molar o más y, de manera más preferente, del 50% molar o más).

<Caso de la separación de compuestos de trialquil estaño de la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño>

A continuación, se proporciona una explicación de la causa de la separación de una composición que contiene compuestos de trialquilo de estaño y una composición que contiene compuestos que contienen un átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico que se encuentra de -220 a 610 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se analizan mediante ^{119}Sn -RMN en una solución de cloroformo pesado, de la composición de formas desactivadas de catalizador de dialquil estaño antes de llevar a cabo la etapa (A).

En el caso de haber separado composiciones de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, cada composición se puede hacer reaccionar con ácido y/o anhídrido de ácido a diferentes condiciones de temperatura.

La temperatura cuando reacciona la composición que contiene los compuestos de trialquil estaño separados de la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño con el ácido y/o el anhídrido de ácido es, de manera preferente, de -20 a 100°C, de manera más preferente, de -10 a 85°C, y aunque es preferente una temperatura elevada para la temperatura de reacción para aumentar la velocidad de reacción, dado que existen casos en los que se producen reacciones indeseables, tal como la descomposición, a temperaturas elevadas que dan lugar a una disminución en el rendimiento, la temperatura de reacción es, de manera incluso más preferente, de 0 a 70°C. Por otro lado, la temperatura cuando reacciona la composición que contiene los compuestos orgánicos de estaño que contienen un átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico que se encuentra de -220 a 610 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se analiza mediante ^{119}Sn -RMN en cloroformo pesado, separada de la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, con el ácido y/o el anhídrido de ácido es, de manera preferente, de -20 a 300°C, de manera más preferente, de -10 a 250°C, y aunque es preferente una temperatura elevada para la temperatura de reacción para aumentar la velocidad de reacción, dado que existen casos en los que se producen reacciones indeseables, tal como la descomposición, a temperaturas elevadas que dan lugar a una disminución en el rendimiento, la temperatura de reacción es, de manera incluso más preferente, de 0 a 230°C. Cada producto de reacción se mezcla en una sola mezcla, seguido de tratamiento térmico para producir el compuesto de dialquil estaño.

<Eliminación de sustancias que no han reaccionado y subproductos>

Los productos de reacción obtenidos mediante la reacción de la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño y el ácido y/o el anhídrido de ácido en la etapa (A) se pueden someter directamente a un tratamiento térmico, o el ácido y/o el anhídrido de ácido no reaccionados y/o los compuestos orgánicos que no contienen átomos de estaño formados mediante la reacción se pueden eliminar en primer lugar mediante un tratamiento térmico. Se pueden utilizar procedimientos conocidos, tales como filtración, separación por destilación, separación por membrana o extracción con disolventes para eliminar el ácido y/o el anhídrido de ácido no reaccionados y/o los compuestos orgánicos que no contienen átomos de estaño formados mediante la reacción.

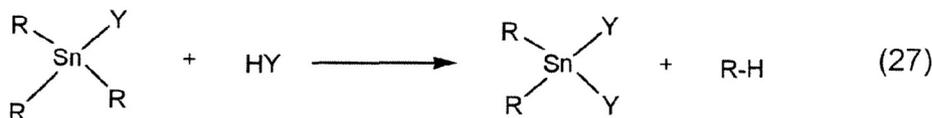
<Reacción de desalquilación>

A continuación, se proporciona una explicación de la reacción de desalquilación en las presentes realizaciones.

Como resultado de estudios exhaustivos realizados por los inventores de la presente invención, se encontró, sorprendentemente, que cuando se hace reaccionar la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño con el ácido específico, se pueden obtener fácilmente compuestos de dialquil estaño a partir de componentes de trialquil estaño (compuestos orgánicos de estaño en los que tres grupos alquilo están unidos a un átomo de estaño) contenidos en dichas formas desactivadas. A continuación, se proporciona una explicación detallada de dicha reacción de desalquilación.

Una reacción de desalquilación en las presentes realizaciones se refiere a una reacción en la que se hace

reaccionar la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño con el ácido y/o el anhídrido de ácido para formar un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y, en el que un grupo Y que procede del ácido y/o el anhídrido de ácido se une a un átomo de estaño mediante la eliminación de un grupo alquilo unido al átomo de estaño. Aunque el mecanismo de reacción detallado de dicha reacción de desalquilación no está claro, por ejemplo, se supone que el compuesto de dialquil estaño que tiene un enlace Sn-Y se forma mediante la reacción entre el compuesto de trialquil estaño y el ácido HY, tal como se muestra en la siguiente fórmula (27):



(en la que R representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, e Y representa un grupo distinto de un grupo alquilo).

Para el ácido utilizado en dicha reacción de desalquilación se utiliza, de manera preferente, un ácido representado por la siguiente fórmula (25):



(en la que Y es una Y, en la que el pKa de HY, que es un ácido conjugado de Y en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8).

Para este ácido se puede utilizar un ácido orgánico o un ácido inorgánico. Entre los ejemplos de ácidos inorgánicos se incluyen haluros de hidrógeno, ácidos halogenhídricos, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido fosfórico y ácido carbónico, mientras que, de manera preferente, se utilizan haluros de hidrógeno y, de manera más preferente, se utiliza cloruro de hidrógeno. Entre los ejemplos de ácidos orgánicos se incluyen ácidos carboxílicos, ácidos sulfónicos, ácidos sulfínicos, fenoles, enoles, tiofenoles, imidas, oxima y sulfonamidas aromáticas, mientras que, de manera preferente, se utilizan ácidos carboxílicos, ácidos sulfónicos, ácidos sulfínicos y fenoles, y, de manera más preferente, se utilizan ácidos carboxílicos. Entre los ejemplos de ácidos carboxílicos se incluyen compuestos de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico, ácido hexanoico, ácido isocaproico, ácido 2-etilbutanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido heptanoico (isómeros), ácido octanoico (isómeros), ácido nonanoico (isómeros), ácido decanoico (isómeros), ácido undecanoico (isómeros), ácido dodecanoico (isómeros), ácido tetradecanoico (isómeros), ácido hexadecanoico (isómeros), ácido acrílico, ácido crótico, ácido isocrótico, ácido vinilacético, ácido metacrílico, ácido angélico, ácido tíglico, ácido alilacético, ácido undecenoico (isómeros) o similares; ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido heptanodioico (isómeros), ácido octanodioico (isómeros), ácido nonanodioico (isómeros), ácido decanodioico (isómeros), ácido maleico, ácido fumárico, ácido metilmaleico, ácido metilfumárico, ácido pentenodioico (incluyendo isómeros), ácido itacónico, ácido alilmalónico o similares; compuestos de ácidos tricarboxílicos alifáticos saturados o insaturados, tales como ácido 1,2,3-propantricarboxílico, ácido 1,2,3-propentricarboxílico, ácido 2,3-dimetilbutano-1,2,3-tricarboxílico o similares; compuestos de ácidos carboxílicos aromáticos, tales como ácido benzoico, ácido metilbenzoico (isómeros), ácido etilbenzoico (isómeros), ácido propilbenzoico (isómeros), ácido dimetilbenzoico (isómeros), ácido trimetilbenzoico (isómeros) o similares; compuestos de ácidos dicarboxílicos aromáticos, tales como ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido metilsoftálico (isómeros) o similares; y compuestos de ácidos tricarboxílicos aromáticos, tales como ácido hemimelítico, ácido trimelítico, ácido trimésico o similares. Entre estos ácidos carboxílicos, se utilizan, de manera preferente, los ácidos monocarboxílicos saturados, mientras que se utilizan, de manera más preferente, los ácidos monocarboxílicos saturados que tienen un punto de ebullición estándar de 300°C o menos, y se utilizan, de manera incluso más preferente, los ácidos monocarboxílicos saturados que tienen un punto de ebullición estándar de 250°C o menos. Más específicamente, se utilizan, de manera preferente, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido piválico y ácido hexanoico.

Además, en dicha reacción de desalquilación se utiliza también, de manera preferente, un anhídrido de ácido representado por la siguiente fórmula (26):



(en la que Y representa Y, en la que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, y O representa un átomo de oxígeno).

Entre los ejemplos de dichos anhídridos de ácido se incluyen anhídridos de ácidos alifáticos, tales como anhídrido acético, anhídrido propiónico, anhídrido butírico, anhídrido isobutírico, anhídrido valérico, anhídrido isovalérico, anhídrido succínico, anhídrido maleico, anhídrido propiónico, anhídrido glutárico o similares; y anhídridos de ácidos aromáticos, tales como anhídrido benzoico, anhídrido ftálico, anhídrido piromelítico o similares. Entre éstos, se

utilizan, de manera preferente, anhídridos de ácido que tienen un punto de ebullición estándar de 300°C o inferior y, a efectos de facilitar la eliminación del anhídrido de ácido en exceso después de la reacción, de manera más preferente, se utilizan anhídridos de ácido que tienen un punto de ebullición estándar de 200°C o inferior. Además, el anhídrido maleico y el anhídrido acético son preferentes desde el punto de vista de facilitar la eliminación de subproductos, tales como ésteres de ácidos carboxílicos y haluros de acilo, fuera del sistema y la facilidad de adquisición industrial.

Estos ácidos y anhídridos de ácido se pueden utilizar solos o se puede utilizar una pluralidad de tipos como una mezcla.

La cantidad de ácido y/o anhídrido de ácido utilizada está, de manera preferente, dentro de un intervalo estequiométrico de 0,1 a 50 veces basándose en el átomo de estaño contenido en la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño teniendo en cuenta la velocidad de reacción y el rendimiento final del compuesto de dialquil estaño en la reacción de desalquilación, y, de manera más preferente, dentro del intervalo de 0,5 a 20 veces, teniendo en cuenta el tamaño del recipiente de reacción y la velocidad de reacción. En el caso de una proporción estequiométrica de menos de 0,1, existen casos en los que la reacción tiene dificultad para avanzar, mientras que, por el contrario, incluso en el caso de una proporción estequiométrica de 50 veces o más, existen muchos casos en los que no hay efectos sobre la velocidad de reacción o el rendimiento final del compuesto de dialquil estaño en dicha reacción de desalquilación.

Dicha reacción de desalquilación se lleva a cabo, de manera preferente, a una temperatura de reacción de -20 a 300°C, de manera más preferente, se lleva a cabo a una temperatura de reacción de -10 a 250°C, y aunque es preferente una temperatura de reacción elevada para aumentar la velocidad de reacción, dado que también existen casos en los que se producen reacciones indeseables, tales como la descomposición, a temperaturas elevadas, lo que da lugar a una disminución en el rendimiento, de manera incluso más preferente, la reacción se lleva a cabo a una temperatura de reacción de 0 a 230°C. Además, la reacción de desalquilación se lleva a cabo, de manera preferente, en una atmósfera de gas inerte, tal como la que contiene argón, neón o nitrógeno.

Aunque no se requiere la utilización de un disolvente en dicha reacción de desalquilación, se puede utilizar un disolvente con el objetivo de mejorar la fluidez, facilitar el procedimiento de reacción o extraer el agua de manera eficaz fuera del sistema en el caso de que se genere agua en la reacción. Entre los ejemplos de dichos disolventes se incluyen hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 5 a 16 átomos de carbono, éteres compuestos por hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 4 a 16 átomos de carbono, e hidrocarburos halogenados lineales, ramificados o cíclicos que tienen de 1 a 16 átomos de carbono. Entre los ejemplos específicos de disolventes que se pueden utilizar se incluyen hidrocarburos lineales o cíclicos seleccionados entre pentano (isómeros), hexano (isómeros), heptano (isómeros), octano (isómeros), nonano (isómeros), decano (isómeros), hexadecano (isómeros), ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, benceno, tolueno, xileno (isómeros), etilbenceno o similares; éteres seleccionados entre dietil éter, dipropil éter (isómeros), dibutil éter (isómeros), dihexil éter (isómeros), dioctil éter (isómeros), difenil éter o similares; e hidrocarburos halogenados seleccionados entre cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, tetracloroetano, diclorobenceno (isómeros) o similares. Estos disolventes se pueden utilizar solos o se pueden utilizar dos o más tipos como una mezcla.

La reacción de redistribución de grupos alquilo mencionada anteriormente se puede llevar a cabo de manera simultánea a dicha reacción de desalquilación. Dado que dicha reacción de desalquilación no es una reacción de equilibrio, mientras que la reacción de redistribución de grupos alquilo es una reacción de equilibrio, ambas reacciones se llevan a cabo de forma combinada, según sea necesario.

<Compuestos de dialquil estaño>

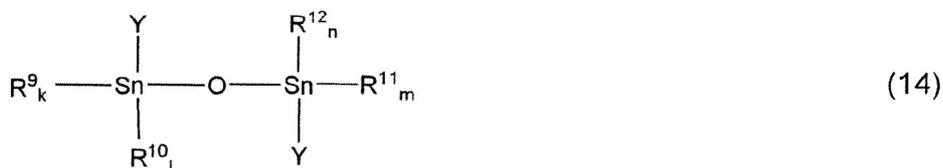
Los compuestos de dialquil estaño producidos mediante la reacción de redistribución de grupos alquilo y/o la reacción de desalquilación descritas anteriormente son compuestos que incluyen, como mínimo, un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende el compuesto de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula (13) y el compuesto de tetraalquil diestannoxano representado por la siguiente fórmula (14):



(en la que R⁷ y R⁸ representan grupos que proceden de un catalizador de dialquil estaño, y cada uno, de manera independiente, representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

Y representa un grupo que procede de un catalizador de dialquil estaño o un grupo que procede de un ácido (HY) y/o de un anhídrido de ácido (YOY), el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un

átomo de hidrógeno, es de 0 a 6,8, e
i y j representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2, e $i + j = 2$);



5 (en la que R^9 , R^{10} , R^{11} y R^{12} representan grupos que proceden de un catalizador de dialquil estaño, y, de manera independiente, representan un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, Y representa un grupo que procede de un catalizador de dialquil estaño o un grupo que procede de un ácido (HY) y/o de un anhídrido de ácido (YOY), el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un
10 átomo de hidrógeno, es de 0 a 6,8, y k, l, m y n, respectivamente, representan un número entero de 0 a 2, $k + l = 2$ y $m + n = 2$).

<Producción de catalizador de dialquil estaño que tiene un compuesto de dialquil estaño como materia prima>

15 Un catalizador de dialquil estaño se puede producir, según el procedimiento de la etapa (I), utilizando el compuesto de dialquil estaño producido, según el procedimiento descrito anteriormente, como materia prima.

Etapa (I): Una etapa en la que un sustituyente Y del compuesto de dialquil estaño que tiene un enlace Sn-Y se convierte, como mínimo, en un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno.
20

Dicha etapa (I) es, de manera preferente, una etapa que comprende las siguientes etapas (I-1) a (I-2):

Etapa (I-1): (Etapa de hidrólisis) Se obtiene una composición que contiene un compuesto de óxido de dialquil estaño mediante la hidrólisis del compuesto de dialquil estaño que tiene el enlace Sn-Y mediante la adición de una solución acuosa alcalina; y,
25

Etapa (I-2): Se extrae un componente que contiene agua generada del líquido de reacción mediante la reacción de la composición que contiene óxido de dialquil estaño obtenida en la etapa (I-1), como mínimo, con un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un alcohol, un ácido carboxílico y un haluro de hidrógeno.

30 A continuación, se proporciona una explicación de dichas etapas (I-1) a (I-2).

La etapa (I-1) es una etapa de obtención de una composición que contiene compuestos de óxido de dialquil estaño mediante la adición de una solución acuosa alcalina al compuesto de dialquil estaño obtenido mediante la reacción de redistribución de grupos alquilo y/o la reacción de desalquilación. En el presente documento, una solución acuosa
35 alcalina se refiere a una solución acuosa en la que un álcali se ha disuelto en agua. Un álcali es el término genérico para una sustancia que adopta la forma de un hidróxido MOH y se disuelve en agua, tal como se describe en la Enciclopedia química ("Encyclopedia Chimica") Volumen 1, (Kyoritsu Publishing Co., Ltd., Edición compacta No. 38). Aunque M indica un grupo alquil metal o amonio, además de referirse a hidróxidos de calcio y bario, hidróxidos también se utilizan en el sentido amplio para incluir carbonato de sodio, carbonato de amonio, fosfato de sodio o similares.
40

No existen limitaciones particulares en la solución acuosa alcalina utilizada en dicha etapa (I-1), siempre que el pH de una solución de la misma sea mayor que 7, y entre los ejemplos se incluyen una solución acuosa de hidróxido de litio, una solución acuosa de hidróxido de sodio, una solución acuosa de hidróxido de potasio, una solución acuosa de hidróxido de cesio, una solución acuosa de carbonato de potasio, una solución acuosa de carbonato de sodio, una solución acuosa de bicarbonato de sodio, una solución acuosa de carbonato de amonio, una solución acuosa de fosfato de sodio o similares. Entre éstas, de manera preferente, se utilizan la solución acuosa de hidróxido de sodio, la solución acuosa de hidróxido de potasio, la solución acuosa de carbonato de potasio. Estas soluciones acuosas
45 alcalinas se pueden utilizar solas o se pueden utilizar dos o más tipos como una mezcla. No existen limitaciones particulares sobre la cantidad de la solución acuosa alcalina utilizada, siempre que sea una cantidad adecuada para la formación de un precipitado, se utiliza, de manera preferente, en una proporción en peso de 1 a 10 veces la cantidad de la mezcla que contenía el compuestos de dialquil estaño obtenida mediante la reacción de redistribución de grupos alquilo y/o la reacción de desalquilación.
50

No existen limitaciones particulares sobre la temperatura a la que se lleva a cabo la etapa (I-1) y la temperatura es, de manera preferente, de -10°C a 100°C , de manera más preferente, de -5 a 50°C , y aunque es preferente una temperatura elevada para la temperatura de reacción para aumentar la velocidad de reacción, dado que existen casos en los que se producen reacciones indeseables, tal como la descomposición, a temperaturas elevadas, dando lugar de este modo a una disminución del rendimiento, la temperatura es, de manera incluso más preferente, de 0 a 30°C .
55
60

La composición que contiene compuestos de óxido de dialquil estaño se obtiene mediante dicha etapa (I-1). La composición que contiene compuestos de óxido de dialquil estaño se puede separar en forma de precipitado. Se puede utilizar un procedimiento conocido para el procedimiento de separación, y, por ejemplo, la composición se puede separar mediante filtración.

La etapa (I-2) es una etapa de reacción de una composición que contiene compuestos de óxido de dialquil estaño separada en la etapa (I-1), como mínimo, con un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un alcohol, un ácido carboxílico y un haluro de hidrógeno para extraer un componente que contiene el agua generada del líquido de reacción. Entre los ejemplos de alcoholes utilizados en dicha etapa (I-2) se incluyen alcoholes en los que el número de átomos de carbono que componen dicho alcohol es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 12, tales como metanol, etanol, propanol (isómeros), butanol (isómeros), pentanol (isómeros), hexanol (isómeros), heptanol (isómeros), octanol (isómeros), nonanol (isómeros), decanol (isómeros) o similares. Además, entre los ejemplos de ácidos carboxílicos utilizados en dicha etapa (I-2) se incluyen ácidos carboxílicos en los que el número de átomos de carbono que componen dicho ácido carboxílico es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 12, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido isovalérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido pivalico, ácido hexanoico, ácido isocaproico, ácido 2-etilbutanoico, ácido 2,2-dimetilbutanoico, ácido heptanoico (isómeros), ácido octanoico (isómeros), ácido nonanoico (isómeros), ácido decanoico (isómeros), ácido undecanoico (isómeros), ácido dodecanoico (isómeros) o similares. Además, entre los ejemplos de haluros de hidrógeno utilizados en dicha etapa (I-2) se incluyen cloruro de hidrógeno, bromuro de hidrógeno o similares.

La proporción estequiométrica de la cantidad de agente de reacción utilizada en dicha etapa (I-2) (el término "agente de reacción" se utiliza en lo sucesivo para referirse a un alcohol, un ácido carboxílico o un haluro de hidrógeno), basándose en átomos de estaño en la composición que contiene óxido de dialquil estaño, es de 1 a 1.000 veces, de manera preferente, de 2 a 100 veces, y aunque es preferente una cantidad en exceso para aumentar la velocidad de reacción, la cantidad es, de manera incluso más preferente, de 3 a 50 veces teniendo en cuenta la facilidad de extracción después de la reacción. El intervalo mencionado anteriormente es preferente, ya que la extracción de un agente de reacción después de la reacción requiere una cantidad considerable de energía en el caso de utilizar una cantidad demasiado excesiva de agente de reacción.

Aunque no se requiere necesariamente la utilización de un disolvente en dicha etapa (I-2), se puede añadir un disolvente azeotrópico con agua con el objetivo de mejorar la fluidez, facilitar el procedimiento de reacción o eliminar rápidamente fuera del sistema el agua generada. Los disolventes que se pueden utilizar pueden ser cualquier disolvente, siempre que no reaccione con el óxido de dialquil estaño o el catalizador de dialquil estaño formado en dicha etapa. Entre los ejemplos de dichos disolventes se incluyen hidrocarburos alifáticos ramificados, lineales o cíclicos, tales como hexano (isómeros), heptano (isómeros), octano (isómeros) o similares; hidrocarburos aromáticos, tales como benceno, tolueno, xileno (incluyendo isómeros) o similares; éteres.

Aunque varía según el tipo de agente de reacción y disolvente utilizados y la proporción en la composición de los mismos, la temperatura a la que se lleva a cabo dicha etapa (I-2) está, de manera preferente, dentro del intervalo de 80 a 200°C, y aunque es preferente para la temperatura de reacción una temperatura elevada para aumentar la velocidad de reacción, dado que existen casos en los que se producen reacciones indeseables, tal como la descomposición, a temperaturas elevadas, la temperatura de reacción está, de manera más preferente, dentro del intervalo de 100 a 180°C.

No existen limitaciones particulares sobre la presión a la que se lleva a cabo dicha etapa (I-2), y aunque se puede llevar a cabo en condiciones de presión reducida a presión aumentada, a efectos de eliminar de manera eficaz el agua del sistema de reacción, esta etapa se lleva a cabo, de manera preferente, dentro del intervalo de 10 Pa a 1 MPa y, de manera más preferente, dentro del intervalo de 10 kPa a 0,5 MPa.

Tal como se ha descrito anteriormente, aunque es necesario eliminar el agua generada mediante la reacción del sistema de reacción en dicha etapa (I-2), se puede utilizar un procedimiento de deshidratación conocido para el procedimiento de deshidratación, entre los ejemplos del cual se incluyen la separación por destilación, destilación a presión reducida, destilación a presión, destilación de película delgada, destilación azeotrópica o similares. Se puede utilizar un procedimiento, tal como pervaporación, para la separación por membrana, mientras que se puede utilizar un agente de deshidratación conocido, tal como un tamiz molecular, como agente deshidratante.

No existen limitaciones particulares sobre el recipiente de reacción utilizado en cada reacción de las presentes realizaciones y se puede utilizar un recipiente de reacción conocido. Para su utilización se pueden combinar de manera adecuada recipientes de reacción convencionales, entre los ejemplos de los cuales se incluyen un tanque de agitación, un tanque de agitación a presión, un tanque de agitación despresurizado, un reactor de columna, una columna de destilación, una columna de empaquetamiento, alambiques de destilación de película delgada o similares. También existen limitaciones particulares sobre el material del recipiente de reacción y se puede utilizar un material conocido. Por ejemplo, se puede utilizar un recipiente de reacción fabricado de vidrio, acero inoxidable, acero al carbono o Hastelloy, o un recipiente de reacción fabricado de un material de base provisto de un revestimiento de vidrio o un recipiente de reacción recubierto de teflón. Dado que existen casos en los que la

corrosión por ácido puede ser prominente dependiendo de la etapa y de las condiciones, en dichos casos, se puede seleccionar de manera adecuada un recipiente de reacción fabricado de vidrio, que tenga un revestimiento de vidrio, que esté provisto de un recubrimiento de teflón (marca registrada) o que esté fabricado de Hastelloy.

5 El catalizador de dialquil estaño producido en las etapas descritas anteriormente se puede utilizar para producir compuestos de éster. Tal como se ha descrito anteriormente, el procedimiento óptimo para producir el compuesto de dialquil estaño mediante la reacción de redistribución de grupos alquilo de las presentes realizaciones permite que se obtenga el compuesto de dialquil estaño de manera extremadamente eficaz en el caso de la conversión de un sustituyente de una composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, en el que el pKa de un ácido conjugado del sustituyente del catalizador de dialquil estaño es de 6,8 a 25, en la Y mencionada anteriormente, seguido de tratamiento térmico a temperatura elevada. En dicho ejemplo, después de tratar la composición de formas desactivadas del alcóxido de dialquil estaño formada a partir de un procedimiento de producción de éster de ácido carbónico que utiliza un alcóxido de dialquil estaño como catalizador de dialquil estaño, tal como se describe a continuación, con un ácido y/o un anhídrido de ácido, de manera preferente, un anhídrido de ácido y, de manera más preferente, anhídrido acético, según la etapa (A) descrita anteriormente, la reacción de redistribución de grupos alquilo se lleva a cabo mediante tratamiento térmico y el compuesto de dialquil estaño formado (y, de manera preferente, dialquil-diacetoxi estaño) se convierte en alcóxido de dialquil estaño, seguido por el reciclado de un catalizador para la producción de éster de ácido carbónico. En este caso también, dado que la reacción de redistribución de grupos alquilo de las presentes realizaciones es una reacción de equilibrio, tal como se ha descrito anteriormente, y basándose en las propiedades típicas de una reacción de equilibrio, la reacción de redistribución de grupos alquilo de las presentes realizaciones se lleva a cabo, de manera preferente, según el procedimiento descrito anteriormente utilizando la composición de formas desactivadas, en la que dichas formas desactivadas se han acumulado y/o concentrado hasta una concentración elevada (por ejemplo, una composición de formas desactivadas en la que el contenido de formas desactivadas, en la que el número de grupos alquilo unidos al átomo de estaño del compuesto de alquil estaño es un número distinto de 2 con respecto al número total de moles de estaño del compuesto de alquil estaño contenido en la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, cuando se representa como % molar, es del 10% molar o más, de manera preferente, del 30% molar o más y, de manera más preferente, del 50% molar o más).

30 A saber, un objetivo de la presente invención es producir el compuesto de dialquil estaño a partir de la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño formadas durante un procedimiento para producir compuestos de éster, regenerar dicho compuesto de dialquil estaño como un catalizador de dialquil estaño, y volver a utilizarlo como un catalizador para la producción de compuestos de éster y, en particular, ésteres de ácido carbónico.

35 El procedimiento para producir ésteres de ácido carbónico comprende, de manera preferente, las siguientes etapas (1) a (4):

etapa (1): (etapa de formación de éster de ácido carbónico) se hacen reaccionar dióxido de carbono y catalizador de dialquil estaño para obtener un líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico;

40 etapa (2) (etapa de separación del éster de ácido carbónico) el éster de ácido carbónico se separa del líquido de reacción para obtener un residuo líquido;

etapa (3) (etapa de regeneración del catalizador de dialquil estaño) se hacen reaccionar el residuo líquido y el alcohol y se elimina fuera del sistema el agua generada para regenerar el catalizador de dialquil estaño; y

45 etapa (4) (etapa de reciclado) el catalizador de dialquil estaño obtenido en la etapa (3) se recicla de nuevo a la etapa (1).

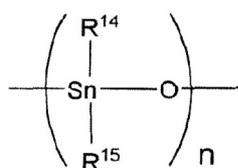
A continuación, se proporciona una explicación detallada de cada etapa utilizando el ejemplo de un procedimiento para producir éster de ácido carbónico utilizando alcóxido de dialquil estaño para el catalizador de dialquil estaño.

50 (I) Etapa de síntesis de alcóxido de alquil estaño (etapa cuando se inicia la operación continua)

En esta etapa, de manera preferente, se puede utilizar un procedimiento descrito anteriormente para producir alcóxido de alquil estaño (tal como en el documento WO 2005/111049). Esta etapa es una etapa de producción de un alcóxido de alquil estaño a partir de un óxido de dialquil estaño y alcohol.

55 Para el alcohol se utilizan, de manera preferente, alcoholes en los que el número de átomos de carbono que componen el alcohol es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 12, tales como metanol, etanol, propanol (isómeros), butanol (isómeros), pentanol (isómeros), hexanol (isómeros), heptanol (isómeros), octanol (isómeros), nonanol (isómeros), decanol (isómeros) o similares.

60 Para el óxido de dialquil estaño utilizado en la etapa de síntesis del alcóxido de alquil estaño se utiliza un óxido de dialquil estaño representado por la siguiente fórmula (28):



(28)

(en la que R¹⁴ y R¹⁵ representan, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono).

5

Entre los ejemplos de R¹⁴ y R¹⁵ se incluyen grupos alquilo que son grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono, tales como un grupo metilo, etilo, propilo (isómeros), butilo (isómeros), pentilo (isómeros), hexilo (isómeros), heptilo (isómeros), octilo (isómeros), nonilo (isómeros), decilo (isómeros), undecilo (isómeros), dodecilo (isómeros) o similares, de manera preferente, grupos alquilo saturados lineales o ramificados que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, y de manera más preferente, un grupo n-butilo o un grupo n-octilo.

10

Dicho alcohol y dicho óxido de dialquil estaño se someten a una reacción de deshidratación y el agua generada se elimina fuera del sistema, a la vez que se obtiene tetraalquil dialcoxi diestannoxano y/o dialcóxido de dialquil estaño. La temperatura a la que se lleva a cabo la reacción es, por ejemplo, de 80 a 180°C, y a efectos de eliminar el agua generada fuera del sistema, la temperatura de reacción es, de manera preferente, de 100 a 180°C, aunque varía en función de la presión y, aunque es preferente una temperatura elevada para la temperatura de reacción para aumentar la velocidad de reacción, dado que existen casos en los que se producen reacciones indeseables, tal como la descomposición, a temperaturas elevadas, la temperatura de reacción está, de manera más preferente, dentro del intervalo de 100 a 160°C. La presión de reacción es una presión que permite la eliminación del agua generada fuera del sistema y, aunque varía según la temperatura de reacción, está dentro del intervalo de 20 a 1 x 10⁶ Pa. No existen limitaciones particulares sobre el tiempo de reacción de la reacción de deshidratación y es, en general, de 0,001 a 50 horas, de manera preferente, de 0,01 a 10 horas y, de manera más preferente, de 0,1 a 2 horas. La reacción finaliza una vez que se ha obtenido la composición de alcóxido de alquil estaño deseada. La progresión de la reacción también se puede determinar midiendo la cantidad de agua extraída fuera del sistema o mediante un procedimiento que utiliza ¹¹⁹Sn-RMN tomando muestras del líquido de reacción.

15

20

25

A efectos de producir la mezcla de las presentes realizaciones en la etapa (1), la reacción finaliza después de confirmar la obtención de la composición, en la que la proporción molar de tetraalquil dialcoxi diestannoxano con respecto a dialcóxido de dialquil estaño contenido en la composición de alcóxido de alquil estaño obtenida en la reacción mencionada anteriormente está dentro del intervalo de 0:100 a 80:20, cuando se representa como el % molar combinado de ambos y, de manera más preferente, dentro del intervalo de 10:90 a 70:30. El alcohol utilizado puede dejarse presente o se puede extraer por destilación dependiendo del caso. Es preferente extraer la mayor cantidad posible de alcohol, ya que esto proporciona la ventaja de poder reducir el tamaño de los recipientes de reacción de las otras etapas. Para el procedimiento de extracción, es preferente la extracción mediante un procedimiento de destilación conocido y se puede utilizar un aparato de destilación conocido para el aparato de destilación utilizado para separar por destilación el alcohol. Para el aparato de destilación, se puede utilizar, de manera preferente, un aparato de destilación de película delgada, ya que permite extraer el alcohol en un corto período de tiempo. No existen limitaciones particulares sobre el tipo de recipiente de reacción de la reacción de deshidratación y se puede utilizar un recipiente de reacción de tipo tanque o de tipo columna conocido. Del recipiente de reacción se extrae una mezcla de reacción de bajo punto de ebullición que contiene agua mediante destilación en forma de un gas, a la vez que se extrae una mezcla de reacción de punto de ebullición elevado que contiene el alcóxido de alquil estaño producido o la mezcla de alcóxido de alquil estaño de la parte inferior del recipiente de reacción en forma de un líquido. Para dicho recipiente de reacción, se utilizan varios procedimientos conocidos, tales como los procedimientos que utilizan recipientes de reacción que incluyen cualquiera, por ejemplo, entre un tanque de agitación, tanque de agitación de múltiples etapas, columna de destilación, columna de destilación de múltiples etapas, reactor multitubular, columna de destilación continua de múltiples etapas, columna de empaquetamiento, evaporador de película delgada, reactor provisto de un soporte en el interior, reactor de circulación forzada, evaporador de película descendente, evaporador de caída de gota, reactor de fase de flujo estrecho o columna de burbujas, así como combinaciones de los mismos. Los procedimientos que utilizan un recipiente de reacción de tipo columna son preferentes con respecto al desplazamiento de manera eficaz del equilibrio hacia el lado de los productos y es preferente una estructura que tenga una gran área de contacto gas-líquido que permita el agua el movimiento rápido del agua generada a la fase gaseosa. Aunque también se puede utilizar un procedimiento continuo utilizando un reactor multitubular, una columna de destilación de múltiples etapas o una columna de empaquetamiento con material de empaquetamiento, dado que el óxido de dialquil estaño utilizado en esta etapa es normalmente un sólido, lo más preferente es un procedimiento en el que esta etapa se lleva a cabo en primer lugar en un recipiente de reacción de tipo tanque, seguido por el aumento del contenido de dialcóxido de dialquil estaño en un recipiente de reacción de tipo columna. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para el recipiente de reacción y los tubos, siempre que no tengan efectos perjudiciales, materiales, tales como SUS304, SUS316 y SUS316L son económicos y se pueden utilizar de manera preferente. Según sea necesario, se pueden añadir equipos de procesamiento conocidos que incluyen instrumentos, tales como medidores de flujo y termómetros, rehervidores, bombas y compresores, para calentar se puede utilizar un procedimiento

30

35

40

45

50

55

60

conocido, tal como calentamiento con vapor o un calentador, y para enfriar se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como refrigeración por aire, agua fría o solución saturada de cloruro sódico.

(ii) Etapa de regeneración del catalizador de dialquil estaño (etapa 3)

Aunque esta etapa se lleva a cabo después de obtener un residuo líquido en la etapa (2), dado que se asemeja a la etapa de síntesis de alcóxido de dialquil estaño descrita anteriormente, se explicará en primer lugar. Esta etapa es una etapa de someter el residuo líquido obtenido en la etapa (2) y el alcohol a una reacción de deshidratación para regenerar alcóxido de dialquil estaño.

Aunque para el alcohol se utilizan, de manera preferente, alcoholes en los que el número de átomos de carbono que componen el alcohol es un número seleccionado entre un número entero de 1 a 12, tales como metanol, etanol, propanol (isómeros), butanol (isómeros), pentanol (isómeros), hexanol (isómeros), heptanol (isómeros), octanol (isómeros), nonanol (isómeros), decanol (isómeros) o similares, de manera más preferente, se utiliza el mismo alcohol que el utilizado en la etapa de síntesis de alcóxido de alquil estaño mencionado anteriormente.

La reacción de deshidratación se lleva a cabo, de manera preferente, en las mismas condiciones que las condiciones de la etapa de síntesis del alcóxido de alquil estaño. La reacción finaliza una vez se obtiene la composición del alcóxido de alquil estaño deseada. La progresión de la reacción también se puede determinar midiendo la cantidad de agua extraída fuera del sistema o mediante un procedimiento que utiliza ^{119}Sn -RMN tomando muestras del líquido de reacción. A efectos de producir la mezcla de las presentes realizaciones en la etapa 1, la reacción finaliza después de confirmar la obtención de la composición, en la que la proporción molar de tetraalquil dialcoxi diestannoxano con respecto a dialcóxido de dialquil estaño contenido en la composición de alcóxido de alquil estaño obtenida en la reacción mencionada anteriormente está dentro del intervalo de 0:100 a 80:20, cuando se representa como el % molar combinado de ambos y, de manera más preferente, dentro del intervalo de 10:90 a 70:30. El alcohol utilizado puede dejarse presente o se puede extraer por destilación dependiendo del caso. Es preferente extraer la mayor cantidad posible de alcohol, ya que esto proporciona la ventaja de poder reducir el tamaño de los recipientes de reacción de las otras etapas. Para el procedimiento de extracción, es preferente la extracción mediante un procedimiento de destilación conocido y se puede utilizar un aparato de destilación conocido para el aparato de destilación utilizado para separar por destilación el alcohol. Para el aparato de destilación, se puede utilizar, de manera preferente, un aparato de destilación de película delgada, ya que permite extraer el alcohol en un período de tiempo corto. A diferencia de la etapa de síntesis del alcóxido de alquil estaño, dado que esta etapa no utiliza óxido de dialquil estaño, en general, en estado sólido, existen diversas restricciones sobre el recipiente de reacción. A saber, no existen limitaciones particulares sobre el tipo de recipiente de reacción de la reacción de deshidratación y se puede utilizar un recipiente de reacción de tipo tanque o de tipo columna conocido. Del recipiente de reacción se extrae una mezcla de reacción de bajo punto de ebullición que contiene agua mediante destilación en forma de un gas, a la vez que se extrae una mezcla de reacción de punto de ebullición elevado que contiene el alcóxido de alquil estaño producido o la mezcla de alcóxido de alquil estaño de la parte inferior del recipiente de reacción en forma de un líquido. Se utilizan varios procedimientos conocidos para dicho recipiente de reacción, tales como los procedimientos que utilizan recipientes de reacción que incluyen cualquiera, por ejemplo, entre un tanque de agitación, tanque de agitación de múltiples etapas, columna de destilación, columna de destilación de múltiples etapas, reactor multitubular, columna de destilación continua de múltiples etapas, columna de empaquetamiento, evaporador de película delgada, reactor provisto de un soporte en el interior, reactor de circulación forzada, evaporador de película descendente, evaporador de caída de gota, reactor de fase de flujo estrecho o columna de burbujas, así como combinaciones de los mismos. Los procedimientos que utilizan un recipiente de reacción de tipo columna son preferentes con respecto al desplazamiento de manera eficaz del equilibrio hacia el lado de los productos y es preferente una estructura que tenga una gran área de contacto gas-líquido que permita el movimiento rápido del agua generada a la fase gaseosa. Es particularmente preferente un procedimiento en continuo que utiliza un reactor multitubular, una columna de destilación de múltiples etapas o una columna de empaquetamiento con material de empaquetamiento. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para el recipiente de reacción y los tubos, siempre que no tengan efectos perjudiciales, materiales, tales como SUS304, SUS316 y SUS316L son económicos y se pueden utilizar de manera preferente. Según sea necesario, se pueden añadir equipos de procesamiento conocidos que incluyen instrumentos, tales como medidores de flujo y termómetros, rehervidores, bombas y compresores, para calentar se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como calentamiento con vapor o un calentador, y para enfriar se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como refrigeración por aire, agua fría o solución saturada de cloruro sódico.

(iii) Etapa de formación de éster de ácido carbónico (etapa 1)

Aunque la presente etapa es una etapa de reacción de un alcóxido de dialquil estaño y dióxido de carbono gaseoso para producir éster de ácido carbónico, para esta etapa se utiliza, de manera preferente, un procedimiento de producción de éster de ácido carbónico descrito anteriormente (por ejemplo, en los documentos WO 03/055840 o WO 04/014840).

La composición de alcóxido de alquil estaño suministrada en esta etapa se puede suministrar desde de la etapa de síntesis de alcóxido de alquil estaño en el momento de inicio o desde la etapa de producción de alcóxido de alquil

estaño de la etapa (3) durante la producción continua. Además, existen casos en los que también se suministra desde una etapa de regeneración de catalizador de dialquil estaño que se describirá posteriormente.

5 En esta etapa, el dióxido de carbono gaseoso se absorbe, en primer lugar, en el alcóxido de dialquil estaño mencionado anteriormente para provocar una reacción química y obtener una mezcla que contenía una forma de alcóxido de dialquil estaño unida a dióxido de carbono.

10 Durante dicha reacción química, dicho alcóxido de dialquil estaño se hace reaccionar en forma de líquido o en forma de líquido con un disolvente y similar. De manera preferente, se utiliza un procedimiento para obtener un líquido mediante calentamiento para transformar el óxido de dialquil estaño a estado líquido. Además, también se puede transformar a estado líquido con un disolvente o similar. Aunque varía según la temperatura a la que se lleva a cabo la reacción, la presión de la reacción está, de manera preferente, dentro del intervalo de presión normal a 1 MPa y, de manera más preferente, dentro del intervalo de presión normal a 0,6 MPa. Aunque varía según la presión de reacción, la temperatura de reacción está, de manera preferente, dentro del intervalo de -40 a 80°C y, teniendo en cuenta la fluidez durante la transferencia, está, de manera más preferente, dentro del intervalo de 0 a 80°C y, de la manera más preferente, dentro del intervalo de temperatura ambiente, por ejemplo 20°C, a 80°C. El tiempo de reacción está dentro del intervalo de varios segundos a 100 horas y, teniendo en cuenta la productividad o similar, es, de manera preferente, de varios minutos a 10 horas. Para el recipiente de reacción se puede utilizar un recipiente de reacción de tipo tanque o un recipiente de reacción de tipo columna conocidos. Además, se puede utilizar una pluralidad de recipientes de reacción combinados. Dado que la reacción consiste en una reacción entre dióxido de carbono (gas) y una composición de alcóxido de alquil estaño (líquido), es preferente aumentar el área de contacto entre el gas y el líquido mediante el aumento de la interfase gas-líquido a efectos de permitir que la reacción avance de manera eficaz. Se pueden utilizar descubrimientos conocidos para el procedimiento de reacción mediante el aumento de la interfase gas-líquido de esta manera y, en el caso de un recipiente de reacción de tipo tanque, por ejemplo, es preferente un procedimiento que aumente la velocidad de agitación o genere burbujas de aire en el líquido, mientras que, en el caso de un recipiente de reacción de tipo columna, es preferente un procedimiento que utilice una columna de empaquetamiento o una columna de platos. Entre los ejemplos de dichos recipientes de reacción de tipo columna que se pueden utilizar se incluyen los tipos de columna de placa que utilizan una bandeja de burbujas, una bandeja de placa porosa, una bandeja de válvula o una bandeja de contracorriente, y los tipos de columna de empaquetamiento rellenas con varios tipos de materiales de empaquetamiento, tales como un anillo Raschig, un anillo Lessing, un anillo polo, montura Berl, montura Interlock, empaquetamiento Dixon, empaquetamiento McMahan, Helipack, empaquetamiento Sulzer, Mellapak o similares. Aunque se puede utilizar cualquier material conocido para el recipiente de reacción y los tubos, siempre que no tengan efectos perjudiciales, materiales, tales como SUS304, SUS316 o SUS316L, son económicos y se pueden utilizar de manera preferente. Según sea necesario, se pueden añadir equipos de procesamiento conocidos que incluyen instrumentos, tales como medidores de flujo y termómetros, rehedores, bombas y compresores, para calentar se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como calentamiento con vapor o un calentador, y para enfriar se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como refrigeración por aire, agua fría o solución saturada de cloruro sódico. Dado que la reacción es, en general, una reacción exotérmica, se puede llevar a cabo un enfriamiento o se puede llevar a cabo un enfriamiento por el calor disipado desde el recipiente de reacción. De manera alternativa, se puede llevar a cabo un calentamiento con el propósito de causar de manera simultánea la esterificación del ácido carbónico. Se puede utilizar un procedimiento conocido utilizando una camisa o serpentines internos para enfriar y calentar el reactor. El dióxido de carbono gaseoso y la composición de alcóxido de alquil estaño suministrados al recipiente de reacción se pueden suministrar al recipiente de reacción por separado, o se pueden mezclar antes de suministrarse al recipiente de reacción. También se pueden suministrar desde una pluralidad de ubicaciones de los recipientes de reacción. La finalización de la reacción se puede determinar mediante, por ejemplo, análisis con ¹¹⁹Sn-RMN.

50 A continuación, se obtiene un líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico a partir de la forma de alcóxido de dialquil estaño unida a dióxido de carbono obtenida anteriormente, según el procedimiento descrito a continuación.

55 Aunque las condiciones de reacción son tales que la temperatura de reacción está dentro del intervalo de 110°C a 200°C y es preferente una temperatura elevada para la temperatura de reacción para aumentar la velocidad de reacción, dado que existen casos en los que también se producen reacciones indeseables, tal como la descomposición, a temperaturas elevadas que provocan una disminución en el rendimiento, la temperatura de reacción está, de manera preferente, dentro del intervalo de 120 a 180°C, el tiempo de reacción está, dentro del intervalo, de 0,1 a 10 horas y la presión de reacción está dentro del intervalo de 1,5 a 20 MPa y, de manera preferente, dentro del intervalo de 2,0 a 10 MPa. La reacción finaliza después de que se haya formado el éster de ácido carbónico deseado en el recipiente de reacción. La progresión de la reacción se puede confirmar mediante un procedimiento, tal como la toma de muestras del fluido de reacción dentro del recipiente de reacción y el análisis del éster de ácido carbónico formado mediante un procedimiento, tal como ¹H-RMN o cromatografía de gases. Por ejemplo, la reacción puede finalizar una vez que se ha formado el 10% o más con respecto al número de moles de alcóxido de dialquil estaño y/o la forma de alcóxido de dialquil estaño unida a dióxido de carbono contenida en el alcóxido de dialquil estaño y/o la forma de alcóxido de dialquil estaño unida a dióxido de carbono, o en el caso de desear aumentar el rendimiento del éster de ácido carbónico, la reacción se puede finalizar después de permitir que continúe hasta que dicho valor alcanza el 90% o más. Para el recipiente de reacción se puede utilizar un recipiente

de reacción conocido y se puede utilizar, de manera preferente, un recipiente de reacción de tipo columna o un recipiente de reacción de tipo tanque. Aunque se puede utilizar cualquier material conocido para el recipiente de reacción y los tubos, siempre que no tengan efectos perjudiciales, materiales, tales como SUS304, SUS316 o SUS316L, son económicos y se pueden utilizar de manera preferente. Según sea necesario, se pueden añadir equipos de procesamiento conocidos que incluyen instrumentos, tales como medidores de flujo y termómetros, rehervidores, bombas y compresores, para calentar se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como calentamiento con vapor o un calentador, y para enfriar se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como refrigeración por aire, agua fría o solución saturada de cloruro sódico.

5

10 (iv) Etapa de separación del éster de ácido carbónico (etapa 2)

Esta etapa es una etapa de separación del éster de ácido carbónico a partir del líquido de reacción que contiene éster de ácido carbónico obtenido en la etapa (1) para obtener un residuo líquido. Para el procedimiento de separación se pueden utilizar, de manera preferente, un procedimiento y un aparato conocidos. Un procedimiento de separación preferente es la separación por destilación.

15

El éster de ácido carbónico y el residuo líquido se obtienen mediante destilación discontinua, semidiscontinua o continua del líquido de reacción transferido de la etapa (1). Un procedimiento de destilación preferente comprende: suministrar dicho líquido de reacción a un alambique de destilación; separar el éster de ácido carbónico de la parte superior del alambique de destilación fuera del sistema en forma de un componente gaseoso; y extraer el residuo líquido de la parte inferior del alambique de destilación en forma de un componente líquido. Aunque varía según el punto de ebullición de dicho éster de ácido carbónico y de la presión, la temperatura de esta etapa está dentro del intervalo de temperatura ambiente, por ejemplo 20°C, a 200°C, y dado que existen casos en los que se produce la desnaturalización de compuestos de estaño en el residuo líquido a temperaturas elevadas, así como casos en los que el éster de ácido carbónico acaba disminuyendo debido a la reacción inversa, la temperatura está, de manera preferente, dentro del intervalo de temperatura ambiente, por ejemplo 20°C, a 150°C. Aunque varía según el tipo de éster de ácido carbónico y la temperatura a la que se lleva a cabo esta etapa, la presión es, en general, de presión normal a presión reducida y, teniendo en cuenta la productividad, la presión está, de manera preferente, en el intervalo de 100 Pa a 80 kPa y, de la manera más preferente, dentro del intervalo de 100 Pa a 50 kPa. Esta etapa se puede llevar a cabo dentro del intervalo de 0,01 a 10 horas y dado que existen casos en los que los compuestos de estaño contenidos en el líquido de reacción se pueden desnaturalizar o el éster de ácido carbónico puede disminuir debido a una reacción inversa si esta etapa se lleva a cabo a temperatura elevada durante un período prolongado de tiempo, el tiempo de reacción está, de manera preferente, dentro del intervalo de 0,01 a 0,5 horas y, de la manera más preferente, dentro del intervalo de 0,01 a 0,3 horas. Se puede utilizar un alambique de destilación conocido para el alambique de destilación, de manera preferente, se pueden utilizar un alambique de destilación de tipo columna o un alambique de destilación de tipo tanque, o se puede utilizar una pluralidad de tipos combinados. De manera más preferente, el alambique de destilación es un evaporador de película delgada o un alambique de destilación de película delgada, mientras que lo más preferente es un evaporador de película delgada equipado con una columna de destilación o un alambique de destilación de película delgada. Aunque se pueden utilizar materiales conocidos para el alambique de destilación y los tubos, siempre que no tengan efectos perjudiciales, materiales, tales como SUS304, SUS316 o SUS316L, son económicos y se pueden utilizar de manera preferente. Según sea necesario, se pueden añadir equipos de procesamiento conocidos que incluyen instrumentos, tales como medidores de flujo y termómetros, rehervidores, bombas y compresores, para calentar se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como calentamiento con vapor o un calentador, y para enfriar se puede utilizar un procedimiento conocido, tal como refrigeración por aire, agua fría o solución saturada de cloruro sódico.

20

25

30

35

40

45

Aunque la descripción anterior ha indicado un ejemplo de la producción de éster de ácido carbónico utilizando un catalizador de alcóxido de dialquil estaño, se generan formas desactivadas del catalizador de alcóxido de dialquil estaño durante el procedimiento de producción de dicho éster de ácido carbónico. Dichas formas desactivadas del catalizador de alcóxido de dialquil estaño se acumulan gradualmente en el sistema de reacción a medida que se repite la producción de éster de ácido carbónico y pueden causar una disminución en la velocidad de reacción o una disminución en el rendimiento del éster de ácido carbónico. De este modo, es preferente extraer parcialmente la composición de formas desactivadas del catalizador de alcóxido de dialquil estaño del sistema de reacción y regenerar el catalizador de dialquil estaño a partir de dicha composición de formas desactivadas. La regeneración de dicha composición de formas desactivadas se lleva a cabo, de manera preferente, después de la etapa (2) y/o la etapa (3) mencionadas anteriormente. No existen limitaciones particulares sobre la cantidad de dicha composición de formas desactivadas extraída del sistema de reacción. Además, tampoco existen limitaciones particulares sobre la cantidad de formas desactivadas de catalizador de dialquil estaño contenidas en dicha composición de formas desactivadas.

50

55

60

Las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño extraídas del sistema de reacción se regeneran como catalizador de dialquil estaño, según el procedimiento de las presentes realizaciones, tal como se ha descrito anteriormente, y, a continuación, se utiliza como un catalizador para producir dicho éster de ácido carbónico. El catalizador de dialquil estaño regenerado se recicla, de manera preferente, como catalizador de dialquil estaño de la etapa (4) y/o la etapa (1) mencionadas anteriormente.

65

La figura 1 muestra un diagrama de flujo de un procedimiento modificado para producir éster de ácido carbónico que combina un procedimiento para producir éster de ácido carbónico y un procedimiento para producir un compuesto de dialquil estaño, según las presentes realizaciones. Tal como se ha descrito anteriormente, todo o una parte del líquido de reacción extraído de la etapa (2) y/o la etapa (3) del procedimiento para producir el éster de ácido carbónico se utiliza como materia prima de la presente reacción (a saber, una composición de formas desactivadas de catalizador de dialquil estaño). Aunque se indicó anteriormente que se obtiene un residuo líquido en la etapa (2), dicho residuo líquido se utiliza como composición de formas desactivadas de la presente realización. En este momento, se lleva a cabo la etapa (A) mencionada anteriormente, ya que el alcóxido de dialquil estaño utilizado en la etapa de producción de éster de ácido carbónico es un alcóxido en el que el grupo distinto de un grupo alquilo unido al estaño al que se hace referencia en las presentes realizaciones, es un grupo alcóxido, y el pKa de un ácido conjugado de dicho grupo alcóxido (a saber, un alcohol) es aproximadamente 17. Aunque se producen agua y éster de ácido carboxílico como subproductos cuando se lleva a cabo la etapa (A), dichos subproductos se eliminan, de manera preferente, en una etapa adecuada cuando se lleva a cabo la etapa mencionada anteriormente. De manera más preferente, dichos subproductos se descargan fuera del sistema mientras se lleva a cabo la etapa (A). De manera alternativa, dichos subproductos se extraen fuera del sistema en forma de componentes gaseosos mientras se descargan del sistema con el propósito de enfriar el líquido de reacción después de la etapa de redistribución de grupos alquilo. Tal como se ha descrito anteriormente, en el caso de utilizar un ácido cuando se lleva a cabo la etapa (A) en la etapa de producción de éster de ácido carbónico utilizando alcóxido de dialquil estaño como catalizador, existen casos en los que se forma agua como subproducto, y dado que existen también casos en los que se hidrolizan materias primas y/o productos durante la reacción que dan lugar a la formación de un componente sólido, es preferente el anhídrido de ácido carboxílico para el compuesto que se hace reaccionar (ácido y/o anhídrido de ácido). Además, en el caso de hacer reaccionar un anhídrido de ácido, se forma un éster de ácido carboxílico que procede de dicho anhídrido de ácido y grupo alcoxi como subproducto. El anhídrido de ácido carboxílico óptimo es anhídrido acético con el propósito de eliminar fácilmente dicho éster de ácido carboxílico fuera del sistema. Después de finalizar la etapa (A), se lleva a cabo la reacción de redistribución de grupos alquilo de las presentes realizaciones mediante tratamiento térmico. A continuación, a efectos de reciclar el compuesto de dialquil estaño resultante como catalizador de la etapa de producción del éster de ácido carbónico en forma de alcóxido de dialquil estaño, un sustituyente del compuesto de dialquil estaño se convierte en un grupo alcoxi. Esta etapa de conversión de sustituyentes convierte un sustituyente en un grupo alcoxi utilizando un procedimiento conocido o un procedimiento de síntesis. Por ejemplo, después de obtener óxido de dialquil estaño mediante la realización de la etapa (I-1) mencionada anteriormente, se lleva a cabo una etapa de alcoxilación explicada, a continuación, sobre dicho óxido de dialquil estaño para obtener un alcóxido de alquil estaño. El alcóxido de alquil estaño resultante, a continuación, se recicla, por ejemplo, a la etapa (1) o la etapa (4). También se puede añadir una etapa de purificación y similar, además a la descrita anteriormente.

Etapa de alcoxilación (un aspecto de la etapa (I-2))

Esta etapa es una etapa de hacer reaccionar alcohol con la composición que contiene óxido de dialquil estaño obtenido a partir de las etapas descritas anteriormente, seguido de la eliminación fuera del sistema del agua generada como subproducto para obtener el alcóxido de dialquil estaño. Esta etapa se lleva a cabo utilizando el mismo procedimiento que la etapa de síntesis de alcóxido de alquil estaño descrita anteriormente de obtención de alcóxido de alquil estaño a partir de óxido de dialquil estaño y alcohol. A saber, esta etapa se lleva a cabo utilizando la composición mencionada anteriormente que contiene óxido de dialquil estaño en lugar de utilizar óxido de dialquil estaño para la materia prima.

Tal como se ha descrito anteriormente, dado que la reacción de redistribución de grupos alquilo de las presentes realizaciones es una reacción de equilibrio y basándose en las propiedades típicas de una reacción de equilibrio, la reacción de redistribución de grupos alquilo de las presentes realizaciones se lleva a cabo, de manera preferente, según el procedimiento descrito anteriormente utilizando la composición de formas desactivadas, en la que dichas formas desactivadas se han acumulado y/o concentrado hasta una concentración elevada (por ejemplo, la composición de formas desactivadas en la que el contenido de formas desactivadas, en la que el número de grupos alquilo unidos al átomo de estaño del compuesto de alquil estaño es un número distinto de 2 con respecto al número total de moles de estaño del compuesto de alquil estaño contenido en la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño, cuando se representa como % molar, es del 10% molar o más, de manera preferente, del 30% molar o más y, de manera más preferente, del 50% molar o más). A saber, después de haber producido éster de ácido carbónico en la etapa de producción de éster de ácido carbónico en condiciones tales que las formas desactivadas están dentro del intervalo anterior, o después de haber recuperado el catalizador activo de la composición de formas desactivadas según, por ejemplo, un procedimiento descrito anteriormente por los inventores de la presente invención (véase el documento WO 2007/097388), se utiliza el componente que contiene la composición de formas desactivadas muy concentradas como la composición de formas desactivadas de las presentes realizaciones, haciendo así posible la utilización de un catalizador de dialquil estaño extremadamente eficaz mediante la adición de las etapas de las presentes realizaciones.

Los ésteres de ácido carbónico obtenidos en las etapas mencionadas anteriormente se pueden utilizar, de manera preferente, como materias primas de policarbonato, materias primas de isocianato, materias primas de otros productos químicos y como electrolito de baterías de iones de litio y similares. Según este procedimiento, dado que

el catalizador de dialquil estaño se puede regenerar a partir de formas desactivadas de catalizadores de dialquil estaño que se desecharon anteriormente, se pueden resolver los problemas de coste y residuos en el procedimiento de producción de ésteres de ácido carbónico. De este modo, la presente invención es industrialmente muy importante.

5

Ejemplos

Aunque a continuación se proporciona una explicación más detallada de las presentes realizaciones a través de ejemplos de las mismas, las presentes realizaciones no se limitan solamente a estos ejemplos.

10

Además, los procedimientos analíticos utilizados en las presentes realizaciones son como se indican a continuación.

<Procedimientos analíticos>

15 Análisis de RMN

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

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

20

Se pesaron aproximadamente 0,3 g de solución de muestra, seguido de la adición de aproximadamente 0,7 g de cloroformo pesado (Aldrich Corp., 99,8%) y 0,05 g de patrón interno en forma de tetrametil estaño (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Wako Grado 1) y la utilización de la solución mezclada uniformemente como una muestra de análisis para RMN.

25

(2) Análisis cuantitativo

El análisis cuantitativo se llevó a cabo sobre la muestra de análisis basándose en una curva de calibración preparada mediante el análisis de cada sustancia patrón.

30

Ejemplo 1

Etapa (1-1): Producción del catalizador de dialquil estaño

35

Se colocaron 627 g (2,7 moles) de óxido de dibutil estaño (Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2.000 g (22,7 moles) de 3-metil-1-butanol (Kuraray Co., Ltd., Japón) en un matraz volumétrico de 5.000 ml en forma de pera. El matraz se conectó a un evaporador (R-144, Shibata Co., Ltd., Japón) al que estaba conectado un baño de aceite (OBH-24, Masuda Corp., Japón) equipado con un regulador de temperatura, una bomba de vacío (G-50A, Ulvac Inc., Japón) y un controlador de vacío (VC-10S, Okano Seisakusho Co., Ltd., Japón). La salida de la válvula de purga de este evaporador se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno que fluía a presión normal. Después de cerrar la válvula de purga del evaporador para reducir la presión en el interior del sistema, la válvula de purga se abrió gradualmente para dejar fluir el nitrógeno en el sistema y volver a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó a aproximadamente 145°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después de calentar durante aproximadamente 40 minutos en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador en posición abierta, se inició la destilación de 3-metil-1-butanol que contenía agua. Después de mantenerse en este estado durante 7 horas, se cerró la válvula de purga, la presión en el interior del sistema se redujo gradualmente y se destiló el exceso de 3-metil-1-butanol con la presión en el interior del sistema de 74 a 35 kPa. Después de no observar más fracción, se extrajo el matraz del baño de aceite. Después de dejar enfriar el matraz hasta cerca de la temperatura ambiente (25°C), la válvula de purga se abrió gradualmente y la presión en el interior del sistema se devolvió a la presión atmosférica. Se obtuvieron 1.173 g de líquido de reacción en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de ^{119}Sn -RMN, ^1H -RMN y ^{13}C -RMN, se confirmó que se había obtenido 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano con un rendimiento del 99% basándose en óxido de dibutil estaño. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 10.345 g de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano.

50

Etapa (1-2). Producción de éster de ácido carbónico y recuperación de la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

55

Se produjo éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 2. Se suministró 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano producido de la forma descrita anteriormente a un flujo de 4.388 g/h desde un tubo de transferencia -4- en un recipiente de reacción de tipo columna -102- relleno con empaquetamiento Metal Gauze CY (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y que tenía un diámetro interior de 151 mm y una longitud eficaz de 5.040 mm, y se suministró 3-metil-1-butanol purificado con una columna de destilación -101- a un flujo de 14.953 g/h desde un tubo de transferencia -2-. La temperatura del líquido en el interior del recipiente de reacción -102- se controló hasta 160°C mediante un calentador y un rehervidor -112- y la presión se ajustó a aproximadamente 120 kPa-G con una válvula de control de la presión. El tiempo de residencia en el recipiente de

60

65

reacción fue de aproximadamente 17 minutos. Se bombearon 3-metil-1-butanol que contenía agua a un flujo de 15.037 g/h desde la parte superior del recipiente de reacción a través de un tubo de transferencia -6-, y 3-metil-1-butanol a un flujo de 825 g/h a través de un tubo de alimentación -1-, a la columna de destilación -101- rellena con empaquetamiento Metal Gauze CY y provista de un rehervidor -111- y un condensador -121- para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna de destilación -101-, se condensó una fracción que contenía una concentración elevada de agua mediante un condensador -121- y se recuperó desde un tubo de recuperación -3-. El 3-metil-1-butanol purificado se bombeó al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un tubo de transferencia -2- situado en la parte inferior de la columna de destilación -101-. Se obtuvo una composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño que contenía di-n-butil-bis(3-metilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano de la parte inferior del recipiente de reacción de tipo columna -102- y se suministró a un evaporador de película delgada -103- (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) a través de un tubo de transferencia -5-. El 3-metil-1-butanol se separó por destilación en el evaporador de película delgada -103- y se devolvió al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un condensador -123-, un tubo de transferencia -8- y un tubo de transferencia -4-. La composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño se bombeó desde la parte inferior del evaporador de película delgada -103- a través de un tubo de transferencia -7- y se suministró a un autoclave -104-, mientras se ajustaba la velocidad de flujo del di-n-butil-bis(3-metilbutiloxi) estaño y del 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano a aproximadamente 5.130 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave mediante un tubo de transferencia -9- con un flujo de 973 g/h y la presión en el interior del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura en el interior del autoclave se fijó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de bis(3-metilbutilo). Este líquido de reacción se transfirió a un tanque de descarbonización -105- a través de un tubo de transferencia -10- y una válvula de control para eliminar el dióxido de carbono residual, y se recuperó el dióxido de carbono desde un tubo de transferencia -11-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió a un evaporador de película delgada (Kobelco Eco-Solutions Co., Ltd., Japón) -106- fijado a aproximadamente 142°C y aproximadamente 0,5 kPa a través de un tubo de transferencia -12- y se suministró mientras se ajustaba la velocidad de flujo del 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano a aproximadamente 4.388 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de bis(3-metilbutilo). Por otro lado, el residuo de evaporación se hizo circular al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un tubo de transferencia -13- y un tubo de transferencia -4-, mientras se ajustaba la velocidad de flujo del 1,1,3,3-tetrabutyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano a aproximadamente 4.388 g/h. La fracción que contenía carbonato de bis(3-metilbutilo) se suministró a una columna de destilación -107- rellena con empaquetamiento Metal Gauze CY y equipada con un rehervidor -117- y un condensador -127- a través de un condensador -126- y un tubo de transferencia -14- a un flujo de 959 g/h, seguido de una purificación por destilación para obtener carbonato de bis(3-metilbutilo) al 99% en peso desde un tubo de recuperación -16- a un flujo de 944 g/h. Cuando la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño de un tubo de transferencia -13- se analizó mediante análisis ^{119}Sn -RMN, ^1H -RMN y ^{13}C -RMN, se encontró que contenía 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano, pero no contenía di-n-butil-bis(3-metilbutiloxi) estaño. Después de llevar a cabo la operación continua mencionada anteriormente durante aproximadamente 240 horas, se extrajo la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño desde un tubo de extracción -16- a un flujo de 18 g/h, se suministró el 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano producido, según el procedimiento anterior, desde un tubo de alimentación -17- a un flujo de 18 g/h y se extrajeron aproximadamente 120 g de una composición del catalizador de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano desde el tubo de extracción -16-. Como resultado del análisis mediante ^{119}Sn -RMN, además de contener aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano, se observaron tri-n-butil(3-metilbutiloxi) estaño y una pluralidad de desplazamientos de RMN de componentes desactivados de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano de -240 a -605 ppm. Esta composición del catalizador se utilizó como una composición de formas desactivadas.

50 Etapa (1-3): Separación de tri-n-butil(3-metilbutiloxi) estaño

Se transfirieron 120 g de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) a un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz una válvula de tres vías, una columna de destilación rellena con Helipack No. 3 y que medía 45 cm de longitud, una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro, y el interior del recipiente se sustituyó por nitrógeno en vacío. El nitrógeno en el interior del recipiente se devolvió a la presión atmosférica y el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a aproximadamente 190°C. Después de aproximadamente 20 minutos, la presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y los componentes destilados se recuperaron cuando la temperatura de la composición de formas desactivadas alcanzó aproximadamente 180°C. Finalmente, la destilación se terminó cuando la presión en el interior del recipiente alcanzó aproximadamente 0,01 kPa. El destilado y el residuo en el interior del matraz se sometieron a las mediciones de ^1H -RMN y ^{119}Sn -RMN. El destilado fue tri-n-butil(3-metilbutiloxi) estaño. El residuo en el interior del matraz contenía el 76,5% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano, y según la ^{119}Sn -RMN, era una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm. Se obtuvieron 25,5 g del destilado resultante y 94,0 g de residuo en el interior del matraz.

Etapa (1-4): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 24,7 g de tri-n-butil(3-metilbutiloxi) estaño de la etapa (1-3) en un matraz de 300 ml en forma de pera en una atmósfera de nitrógeno, seguido de la adición de 34,5 g de anhídrido acético (Aldrich Corp., Estados Unidos) y la agitación durante 1 hora a 25°C. Cuando la solución se muestreó y se sometió a análisis por cromatografía de gases, se confirmó que se había formado acetato de isoamilo. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y, después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y el acetato de isoamilo y el anhídrido acético en exceso se separaron por destilación para obtener 22,8 g de un residuo en el interior del matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se determinó que el residuo era tri-n-butil acetoxi estaño.

Por otro lado, se colocaron 93,2 g del residuo que contenía el 76,5% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano obtenido en la etapa (1-1) en un recipiente de presión metálico de 500 ml (Modelo TSV-N2, Taiatsu Techno Corp., Japón), seguido de la adición de 150,0 g de anhídrido acético y agitación. A continuación, el recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 3 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), el contenido se transfirió a un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y se sustituyó el interior del matraz con nitrógeno en vacío, seguido de la inmersión del matraz en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el anhídrido acético en exceso y similares para obtener 103,3 g de residuo en el matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se determinó que el residuo era una mezcla que contenía di-n-butil diacetoxi estaño y n-butil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-butil acetoxi estaño en el residuo fue del 75,4% en peso, mientras que el contenido de n-butil triacetoxi estaño fue del 24,5% en peso. Esta mezcla se mezcló con el tri-n-butil acetoxi estaño obtenido anteriormente y se utilizó como materia prima de la etapa posterior (1-5).

Etapa (1-5): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se colocaron 125,3 g de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) en un recipiente de presión metálico de 200 ml (Modelo TSV-N2, Taiatsu Techno Corp., Japón) en una atmósfera de nitrógeno. El recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 250°C y se calentó durante 30 minutos. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente, se recuperaron 124,5 g de líquido de reacción. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ en el líquido de reacción, se determinó que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-butil diacetoxi estaño y n-butil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-butil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 96,3% en peso.

Etapa (1-6): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se colocaron 122,1 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) en un matraz volumétrico de 500 ml en forma de pera y se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. Se formó un precipitado blanco cuando se añadieron 300 ml de solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) mientras se agitaba el contenido del mismo. La mezcla se filtró con papel de filtro para recuperar 82,1 g de un precipitado blanco.

Se colocaron 81,1 g del precipitado blanco y 238,0 g (2,70 moles) de 3-metil-1-butanol en un matraz volumétrico de 500 ml en forma de pera. El matraz estaba conectado a un evaporador rotatorio al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga de este evaporador se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno que fluía a presión atmosférica. Después de sustituir el interior del sistema por nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se fijó a 146°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después de separar por destilación un componente de bajo punto de ebullición durante aproximadamente 7 horas en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador rotatorio en posición abierta, se redujo gradualmente la presión en el interior del sistema y se separó por destilación el componente de bajo punto de ebullición restante a una presión interna de 76 a 30 kPa. Una vez no se observó más destilación del componente de bajo punto de ebullición, se extrajo el matraz del baño de aceite y se dejó enfriar. Se obtuvieron 107,0 g de un residuo líquido en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de $^1\text{H-RMN}$, $^{13}\text{C-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se encontró el contenido de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano en el residuo líquido en el matraz fue del 96,4% en peso.

Etapa (1-7): Utilización de catalizador de dialquil estaño regenerado en el éster de ácido carbónico

Etapa de producción

Se suministró una solución que contenía el 96,5% en peso del 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis-(3-metilbutiloxi) diestannoxano obtenido en la etapa (1-6) desde el tubo de alimentación -17- a un flujo de 18 g/h, mientras se extraía

la composición del catalizador de dialquil estaño desde el tubo de extracción -16- a un flujo de 18 g/h en la etapa de producción de éster de ácido carbónico explicada en la etapa (1-2). Se recuperó carbonato de bis(3-metilbutilo) al 99% en peso del tubo de recuperación -15- a un flujo de 944 g/h, y no se confirmaron los efectos de la utilización del catalizador de dialquil estaño producido en la etapa (1-6) en la etapa de producción del éster de ácido carbónico.

5

Ejemplo 2

Etapa (2-1): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

10 Se colocaron 125 g de una composición de formas desactivadas obtenida mediante el mismo procedimiento que en la etapa (1-2) del ejemplo 1 en un matraz de 500 ml en forma de pera en una atmósfera de nitrógeno, seguido de la adición de 145,0 g de anhídrido acético y agitación durante 1 hora a 25°C. Después de conectar al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro, y de sustituir la parte interior del matraz con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y el exceso de anhídrido acético se separó por destilación para obtener 125,9 g de un residuo en el interior del matraz. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN sobre el residuo, se encontró que el residuo era una mezcla de tri-n-butil acetoxi estaño y di-n-butil diacetoxi estaño, y según la ¹¹⁹Sn-RMN, compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm. El contenido de tri-n-butil acetoxi estaño en la mezcla fue del 21,1% en peso, mientras que el contenido de di-n-butil diacetoxi estaño fue del 63,7% en peso.

15

20

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

25 Se colocaron 123,7 g de la mezcla obtenida en la etapa (2-1) en un recipiente de presión metálico de 200 ml (Modelo TSV-N2, Taiatsu Techno Corp., Japón) en una atmósfera de nitrógeno. El recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 250°C y se calentó durante 30 minutos. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente, se recuperaron 122,9 g de líquido de reacción. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN sobre el líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que contenían di-n-butil diacetoxi estaño, tri-n-butil acetoxi estaño y 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-diacetoxi diestannoxano, y el contenido de di-n-butil diacetoxi estaño fue del 63,7% en peso, el contenido de tri-n-butil acetoxi estaño fue de aproximadamente el 1 % en peso y el contenido de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-diacetoxi diestannoxano fue del 31,4% en peso.

30

35 Etapa (2-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 118,6 g de una solución que contenía el 91,0% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 121,3 g de la mezcla obtenida en la etapa (2-2), 290 ml de solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 220,3 g de 3-metil-1-butanol.

40

Ejemplo 3

Etapa (3-1): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

45 Se colocaron 130 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (1-2) del ejemplo 1 y 100 g de tolueno (reactivo garantizado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz en forma de pera un tubo Dean-Stark, un condensador Dimroth y una válvula de tres vías. La válvula de tres vías se conectó a un tubo a través del cual el gas nitrógeno fluía a presión normal.

50

Se sumergió el matraz en un baño de aceite calentado anteriormente a 140°C, seguido del calentamiento a reflujo del tolueno y dejando que el cloruro de hidrógeno gaseoso fluyera en el matraz a razón de aproximadamente 150 ml/min. Se recuperó agua en el tubo Dean-Stark junto con el reflujo del tolueno y se terminó la reacción después de llevarla a cabo durante 16 horas. Después de dejar enfriar el matraz hasta cerca de la temperatura ambiente, se purgó el interior del matraz con nitrógeno durante 3 horas. El tolueno se separó por destilación de la solución resultante para obtener 120,4 g de solución. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN sobre esta solución, se encontró que la solución era una mezcla de tri-n-butilcloro estaño y di-n-butildicloro estaño, y el contenido de tri-n-butilcloro estaño fue del 17,1% en peso, mientras que el contenido de di-n-butildicloro estaño fue del 64,2% en peso.

55

60

Etapa (3-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

65 Se colocaron 118,2 g de la mezcla obtenida en la etapa (3-1) en un recipiente de doble pared de Teflón (marca registrada) de 300 ml (Modelo TAF-SR, Taiatsu Techno Corp., Japón) en una atmósfera de nitrógeno. El recipiente se sumergió en un baño de aceite calentado a 250°C y se calentó durante 15 horas. Después de dejar enfriar el

recipiente hasta cerca de la temperatura ambiente, se recuperaron 116,9 g de líquido de reacción. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre el líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una solución que contenía el 93,1% en peso de di-n-butildicloro estaño.

5 Etapa (3-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 119,1 g de una solución que contenía el 98,0% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 115,9 g de la solución obtenida en la etapa (3-2) en lugar de la solución obtenida en la etapa (1-5) y la utilización de 330 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 292,2 g de 3-metil-1-butanol.

Ejemplo 4

15 Etapa (4-1): Reacción de desalquilación

Se colocaron 150,0 g de la composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (1-2) del ejemplo 1 y 120,3 g de 1-decanol (reactivo garantizado, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz en forma de pera un tubo Dean-Stark, un condensador Dimroth y una válvula de tres vías. La válvula de tres vías se conectó a un tubo a través del cual el gas nitrógeno fluía a presión normal.

Se sumergió el matraz en un baño de aceite calentado anteriormente a 250°C, seguido del calentamiento a reflujo del 1-decanol y dejando que el cloruro de hidrógeno gaseoso fluyera en el matraz a razón de aproximadamente 150 ml/min. Se recuperó agua en el tubo Dean-Stark junto con el reflujo del 1-decanol y se terminó la reacción después de llevarla a cabo durante 15 horas. Después de dejar enfriar el matraz hasta cerca de la temperatura ambiente, se purgó el interior del matraz con nitrógeno durante 3 horas. El 1-decanol se separó por destilación de la solución resultante para obtener 135,8 g de solución. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre esta solución, se encontró que la solución contenía el 81,1% en peso de di-n-butildicloro estaño.

30 Etapa (4-2): Separación de compuestos de dialquil estaño

Se colocaron 133,2 g de la mezcla obtenida en la etapa (4-1) en un matraz de 200 ml en forma de pera y se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro. Después de sustituir el interior del recipiente con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 100°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente hasta una presión final de 1,3 kPa para recuperar 26,3 g de destilado y 106,3 g de residuo. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre el residuo, se encontró que el destilado era di-n-butildicloro estaño.

40 Etapa (4-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 106,1 g de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 105,5 g del di-n-butildicloro estaño obtenido en la etapa (4-2) en lugar de la solución obtenida en la etapa (1-3) y la utilización de 320 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 287,8 g de 3-metil-1-butanol.

Ejemplo 5

50 Etapa (5-1): Reacción de intercambio de sustituyentes de las formas desactivadas en el catalizador de dialquil estaño

Se obtuvieron 201,5 g de una mezcla de tri-n-butil acetoxi estaño, di-n-butil diacetoxi estaño y, según la $^{119}\text{Sn-RMN}$, compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1) del ejemplo 2 con la excepción de 200 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (1-2) del ejemplo 1, y la utilización de 305,2 g de una mezcla de 182,9 g de ácido acético y 124,4 g de anhídrido acético en lugar de 145,0 g de anhídrido acético. El contenido de tri-n-butil acetoxi estaño en esta mezcla fue del 20,1% en peso, mientras que el contenido de di-n-butil diacetoxi estaño fue del 64,1% en peso.

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

Se obtuvieron 199,3 g de una mezcla que contenía di-n-butil diacetoxi estaño, tri-n-butil acetoxi estaño y 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-diacetoxi diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-2) del ejemplo 2 con la excepción de la utilización de 200,1 g de la mezcla obtenida en la etapa (5-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (2-1). El contenido de di-n-butil diacetoxi estaño en esta mezcla fue del 63,7% en peso, el

contenido de tri-n-butyl acetoxi estaño fue de aproximadamente el 1% en peso y el contenido de 1,1,3,3-tetra-n-butyl-1,3-diacetoxi diestannoxano fue del 32,3% en peso.

Etapa (5-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 184,7 g de una solución que contenía el 95,6% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-4) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 198,3 g de la mezcla obtenida en la etapa (5-2), 360 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 544,3 g de 3-metil-1-butanol.

Ejemplo 6

Etapa (6-1): Reacción de desalquilación

Se colocaron 180 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (1-2) del ejemplo 1 en un matraz de 500 ml en forma de pera en presencia de una atmósfera de nitrógeno, seguido de la adición de 164,6 g de ácido acético y 280,0 g de anhídrido acético. El matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 155°C y, a continuación, se agitó durante 5 horas mientras la solución se calentaba a reflujo. Después de dejar enfriar el matraz hasta temperatura ambiente, se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro, y el interior del matraz se sustituyó con nitrógeno en vacío. Después de sumergir el matraz en un baño de aceite calentado a 50°C, la presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el exceso de ácido acético y anhídrido acético para obtener 181,5 g de un residuo en el interior del matraz. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este residuo, se encontró que el residuo contenía el 84,8% en peso de di-n-butyl diacetoxi estaño.

Etapa (6-2): Separación de compuestos de dialquil estaño

Se colocaron 180,0 g de la solución que contenía el 84,8% en peso de di-n-butyl diacetoxi estaño obtenido en la etapa (6-1) en un matraz de 300 ml en forma de pera y se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro. Después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 180°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente hasta una presión final de 0,01 kPa y se recuperaron 150,3 g de destilado. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este destilado, se encontró que el destilado era di-n-butyl diacetoxi estaño.

Etapa (6-3): Regeneración del catalizador de dialquil estaño a partir de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 130,8 g de 1,1,3,3-tetra-n-butyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 149,1 g del di-n-butyl diacetoxi estaño obtenido en la etapa (6-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) y la utilización de 350 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 350,9 g de 3-metil-1-butanol.

Ejemplo 7

Etapa (7-1): Producción del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 972 g (2,7 moles) de óxido de di-n-octil estaño (Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2.100 g (23,9 moles) de 3-metil-1-butanol en un matraz volumétrico de 5.000 ml en forma de pera. El matraz se conectó a un evaporador al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno que fluía a presión normal. Después de cerrar la válvula de purga del evaporador para reducir la presión en el interior del sistema, la válvula de purga se abrió gradualmente para dejar fluir el nitrógeno en el sistema y volver a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó a aproximadamente 145°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después de calentar durante aproximadamente 40 minutos en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador en posición abierta, se inició la destilación de 3-metil-1-butanol que contenía agua. Después de mantenerse en este estado durante 7 horas, se cerró la válvula de purga, la presión en el interior del sistema se redujo gradualmente y se destiló el exceso de 3-metil-1-butanol con la presión en el interior del sistema de 74 a 35 kPa. Después de no observar más fracción, se extrajo el matraz del baño de aceite. Después de dejar enfriar el matraz hasta cerca de la temperatura ambiente (25°C), la válvula de purga se abrió gradualmente y la presión en el interior del sistema se devolvió a la presión atmosférica. Se obtuvieron 1.176 g de líquido de reacción en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de $^{119}\text{Sn-RMN}$, $^1\text{H-RMN}$ y $^{13}\text{C-RMN}$, se confirmó que se había obtenido 1,1,3,3-tetra-n-butyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano con un rendimiento del 99% basándose en el óxido de di-n-octil estaño. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 14.120 g de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano.

Etapa (7-2). Producción de éster de ácido carbónico y recuperación de la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

5 Se produjo éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 2. Se suministró 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano producido de la forma descrita anteriormente a un flujo de 5.887 g/h desde un tubo de transferencia -4- en un recipiente de reacción de tipo columna -102- relleno con empaquetamiento Metal Gauze CY (Sulzer Chemtech Ltd., Suiza) y que tenía un diámetro interior de 151 mm y una longitud eficaz de 5.040 mm, y se suministró 3-metil-1-butanol purificado con una columna de destilación -101- a un flujo de 14.953 g/h desde un tubo de transferencia -2-. La temperatura del líquido en el interior del recipiente de reacción -102- se controló hasta 160°C mediante un calentador y un rehervidor -112- y la presión se ajustó a aproximadamente 120 kPa-G con una válvula de control de la presión. El tiempo de residencia en el recipiente de reacción fue de aproximadamente 17 minutos. Se bombearon 3-metil-1-butanol que contenía agua a un flujo de 15.037 g/h desde la parte superior del recipiente de reacción a través de un tubo de transferencia -6- y 3-metil-1-butanol a un flujo de 824 g/h a través de un tubo de alimentación -1-, a la columna de destilación -101- rellena con empaquetamiento Metal Gauze CY y provista de un rehervidor -111- y un condensador -121- para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna de destilación -101-, se condensó una fracción que contenía una concentración elevada de agua mediante un condensador -121- y se recuperó desde un tubo de recuperación -3-. El 3-metil-1-butanol purificado se bombeó al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un tubo de transferencia -2- situado en la parte inferior de la columna de destilación -101-. Se obtuvo una composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño que contenía di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano de la parte inferior del recipiente de reacción de tipo columna -102- y se suministró a un evaporador de película delgada -103- a través de un tubo de transferencia -5-. El 3-metil-1-butanol se separó por destilación en el evaporador de película delgada -103- y se devolvió al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un condensador -123-, un tubo de transferencia -8- y un tubo de transferencia -4-. La composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño se bombeó desde la parte inferior del evaporador de película delgada -103- a través de un tubo de transferencia -7- y se suministró a un autoclave -104-, mientras se ajustaba la velocidad de flujo del di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño y del 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano a aproximadamente 6.627 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave mediante un tubo de transferencia -9- con un flujo de 973 g/h y la presión en el interior del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura en el interior del autoclave se fijó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de bis(3-metilbutilo). El líquido de reacción se transfirió a un tanque de descarbonización -105- a través de un tubo de transferencia -10- y una válvula de control para eliminar el dióxido de carbono residual y se recuperó el dióxido de carbono desde un tubo de transferencia -11-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió a un evaporador de película delgada -106- fijado a aproximadamente 142°C y aproximadamente 0,5 kPa a través de un tubo de transferencia -12- y se suministró mientras se ajustaba la velocidad de flujo del 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano a aproximadamente 5.887 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de bis(3-metilbutilo). Por otro lado, el residuo de evaporación se hizo circular al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un tubo de transferencia -13- y un tubo de transferencia -4-, mientras se ajustaba la velocidad de flujo del 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano a aproximadamente 5.887 g/h. La fracción que contenía carbonato de bis(3-metilbutilo) se suministró a una columna de destilación -107- rellena con empaquetamiento Metal Gauze CY y equipada con un rehervidor -117- y un condensador -127- a través de un condensador -126- y un tubo de transferencia -14- a un flujo de 959 g/h, seguido de una purificación por destilación para obtener carbonato de bis(3-metilbutilo) al 99% en peso desde un tubo de recuperación -15- a un flujo de 944 g/h. Cuando la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño de un tubo de transferencia -13- se analizó mediante análisis ^{119}Sn -RMN, ^1H -RMN y ^{13}C -RMN, se encontró que contenía 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano, pero no contenía di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño. Después de llevar a cabo la operación continua mencionada anteriormente durante aproximadamente 240 horas, se extrajo la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño desde un tubo de extracción -16- a un flujo de 18 g/h, se suministró el 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano producido, según el procedimiento anterior, desde un tubo de alimentación -17- a un flujo de 18 g/h y se extrajeron aproximadamente 200 g de una composición de formas desactivadas de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano desde el tubo de extracción -16-. Como resultado del análisis mediante ^{119}Sn -RMN, además de contener aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano, se observaron tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño y una pluralidad de desplazamientos de RMN de componentes desactivados de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano de -240 a -605 ppm. Esta composición del catalizador se utilizó como una composición de formas desactivadas.

Etapa (7-3): Reacción de intercambio de sustituyentes de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se obtuvieron 201,2 g de una mezcla de tri-n-octil acetoxi estaño, di-n-octil diacetoxi estaño y, según la ^{119}Sn -RMN, compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1) del ejemplo 2 con la excepción de la utilización de 200 g de la composición de formas desactivadas

obtenida en la etapa (7-2) en lugar de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) y la utilización de 231,0 g de anhídrido acético. El contenido de tri-n-octil acetoxi estaño en la mezcla fue del 23,4% en peso, mientras que el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño fue del 62,8% en peso.

5 Etapa (7-4): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se recuperaron 197,3 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1) del ejemplo 2 con la excepción de la utilización de 199,3 g de la mezcla obtenida en la etapa (7-3) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (2-1). Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño, tri-n-octil acetoxi estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-diacetoxi diestannoxano y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño fue del 62,5% en peso, el contenido de tri-n-octil acetoxi estaño fue de aproximadamente el 3% en peso y el contenido de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-diacetoxi diestannoxano fue del 32,0% en peso.

15 Etapa (7-5): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 181,0 g de una solución que contenía el 95,2% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 194,4 g de la mezcla obtenida en la etapa (7-4) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-5) y la utilización de 290 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 297,6 g de 3-metil-1-butanol.

Ejemplo 8

25 Etapa (8-1): Reacción de desalquilación

Se obtuvieron 225,7 g de una mezcla que contenía el 85,8% en peso de di-n-octil diacetoxi estaño llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 230 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (7-2) del ejemplo 7 en lugar de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) del ejemplo 1 y la utilización de 158,0 g de ácido acético y 283,5 g de anhídrido acético.

Etapa (8-2): Separación de las formas dialquilo

Se obtuvieron 191,9 g de un destilado llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-2) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 224,1 g de la mezcla que contenía el 85,8% en peso de di-n-octil diacetoxi estaño obtenido en la etapa (8-1). Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este destilado, se encontró que el destilado era di-n-octil diacetoxi estaño.

40 Etapa (8-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 175,4 g de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 190,0 g del di-n-octil diacetoxi estaño obtenido en la etapa (8-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-5) del ejemplo 1, y la utilización de 334 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 280,6 g de 3-metil-1-butanol.

45 Ejemplo 9

Etapa (9-1): Reacción de desalquilación

Se obtuvieron 191,4 g de una mezcla que contenía el 86,2% en peso de di-n-octil diacetoxi estaño llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 195 g de una composición de formas desactivadas obtenidas utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (7-2) del ejemplo 7 en lugar de la composición de formas desactivadas obtenidas en la etapa (1-2) del ejemplo 1 y utilizando 271,1 g de anhídrido acético (pero sin utilizar ácido acético).

55 Etapa (9-2): Separación de las formas dialquilo

Se obtuvieron 184,6 g de un destilado llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-2) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 190,2 g de una mezcla que contenía el 86,2% en peso del di-n-octil diacetoxi estaño obtenido en la etapa (9-1) y haciendo que la temperatura fuera de 200°C. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este destilado, se encontró que el destilado era di-n-octil diacetoxi estaño.

60 Etapa (9-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 166,7 g de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo

procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 181,2 g del di-n-octil diacetoxi estaño obtenido en la etapa (9-2) y utilizando 292 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 266,7 g de 3-metil-1-butanol.

5 Ejemplo 10

Etapa (10-1): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

10 Se obtuvieron 221,3 g de una mezcla de tri-n-octil acetoxi estaño, di-n-octil diacetoxi estaño y, según la ^{119}Sn -RMN, compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (7-3) del ejemplo 7 con la excepción de la utilización de 220 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (7-2) del ejemplo 7, y la utilización de 403,2 g de una mezcla de 150,1 g de ácido acético y 255,4 g de anhídrido acético en lugar de anhídrido acético. El contenido de tri-n-octil acetoxi estaño en la mezcla fue del 22,8% en peso, mientras que el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño fue del 62,2% en peso.

Etapa (10-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

20 Se obtuvieron 218,8 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (7-4) del ejemplo 7 con la excepción de la utilización de 220,1 g de la mezcla obtenida en la etapa (10-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (7-3) del ejemplo 7. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ^1H -RMN y ^{119}Sn -RMN sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño, tri-n-octil acetoxi estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-diacetoxi diestannoxano, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño fue del 62,7% en peso, el contenido de tri-n-octil acetoxi estaño fue de aproximadamente el 3% en peso y el contenido de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-diacetoxi diestannoxano fue del 31,8% en peso.

Etapa (10-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

30 Se obtuvieron 200,4 g de una solución que contenía el 95,2% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 215,8 g de la mezcla obtenida en la etapa (10-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 277 ml de una acuosa solución de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 328,5 g de 3-metil-1-butanol.

35 Ejemplo 11

Etapa (11-1): Separación de tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño

40 Se colocaron 130 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (7-2) del ejemplo 7 en un matraz de 500 ml en forma de pera, se conectaron al matraz una válvula de tres vías, una columna de destilación rellena con Helipack No. 3 y que medía 45 cm de longitud, una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro, y el interior del recipiente se sustituyó por nitrógeno en vacío. El nitrógeno en el interior del recipiente se devolvió a la presión atmosférica y el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a aproximadamente 230°C. Después de aproximadamente 20 minutos, la presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y los componentes destilados se recuperaron cuando la temperatura de la composición de formas desactivadas alcanzó aproximadamente 210°C. Finalmente, la destilación se terminó cuando la presión en el interior del recipiente alcanzó aproximadamente 0,01 kPa. El destilado y el residuo en el interior del matraz se sometieron a mediciones de ^1H -RMN y ^{119}Sn -RMN. El destilado fue tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño. El residuo en el interior del matraz contenía el 77,2% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano, y según la ^{119}Sn -RMN, se encontró que era una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm. Se obtuvieron 28,9 g del destilado resultante y 100,1 g de residuo en el interior del matraz.

55 Etapa (11-2): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

60 Se colocaron 27,4 g de tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (11-1) en un matraz de 300 ml en forma de pera, seguido de la adición de 27,2 g de anhídrido acético y agitación durante 1 hora a 25°C. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y, después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y el anhídrido acético en exceso y similares se separaron por destilación para obtener 25,9 g de un residuo en el interior del matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de ^1H -RMN y ^{119}Sn -RMN, se determinó que el residuo era tri-n-octil acetoxi estaño.

65

Por otro lado, se colocaron 99,4 g del residuo que contenía el 77,2% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano obtenido en la etapa (11-1) en un recipiente de presión metálico de 500 ml, seguido de la adición de 121,6 g de anhídrido acético y agitación. A continuación, el recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 3 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), el contenido se transfirió a un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y se sustituyó el interior del matraz con nitrógeno en vacío, seguido de la inmersión del matraz en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el acetato de isoamilo y el anhídrido acético en exceso para obtener 107,2 g de residuo en el matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se determinó que el residuo era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño y n-octil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en el residuo fue del 77,8% en peso, mientras que el contenido de n-octil triacetoxi estaño fue del 22,1% en peso. Esta mezcla se mezcló con el tri-n-octil acetoxi estaño obtenido anteriormente y se utilizó como materia prima de la etapa posterior (11-3).

Etapa (11-3): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se recuperaron 131,0 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 en una atmósfera de nitrógeno con la excepción de la utilización de 132,1 g de la mezcla obtenida en la etapa (11-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4). Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla de di-n-octil diacetoxi estaño y n-octil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 95,1% en peso.

Etapa (11-4): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 120,0 g de una solución que contenía el 94,4% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 130,1 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (11-3) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1, y la utilización de 312 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 194,3 g de 3-metil-1-butanol.

Ejemplo 12

Etapa (12-1): Separación de tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño

Se obtuvieron 33,2 g de un destilado y 109,0 g de un residuo en el matraz llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (11-1) del ejemplo 11 con la excepción de la utilización de 143 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (7-2) del ejemplo 7. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se encontró que el destilado era tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño y se encontró que el residuo en el matraz era una mezcla que contenía el 78,1% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butyl-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano y, según la ¹¹⁹Sn-RMN, compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm.

Etapa (12-2): Reacción de intercambio de sustituyentes del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 32,1 g de tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (12-1) en un matraz de 300 ml en forma de pera, seguido de la adición de 23,2 g de anhídrido acético y 17,7 g de ácido acético y agitación durante 1 hora a 25°C. Cuando la solución se muestreó y analizó por cromatografía de gases, se confirmó que se había formado acetato de isoamilo. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y el interior del recipiente se sustituyó con nitrógeno en vacío, seguido de la inmersión del recipiente en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y el acetato de isoamilo y el anhídrido acético en exceso se separaron por destilación para obtener 30,5 g de un residuo en el interior del matraz. Cuando el residuo se sometió a la medición de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se determinó que el residuo era tri-n-octil acetoxi estaño.

Por otro lado, se colocaron 108,8 g del residuo que contenía el 78,1% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano obtenido en la etapa (12-1) en un recipiente de presión metálico de 500 ml, seguido de la adición de 121,6 g de anhídrido acético y 78,5 g de ácido acético y agitación. A continuación, el recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 3 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), el contenido se transfirió a un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y se sustituyó el interior del matraz con nitrógeno en vacío, seguido de la inmersión del matraz en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron

por destilación el acetato de isoamilo y el anhídrido acético en exceso para obtener 117,2 g de residuo en el matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se determinó que el residuo era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño y n-octil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en el residuo fue del 77,6% en peso, mientras que el contenido de n-octil triacetoxi estaño fue del 22,3% en peso.

5 Esta mezcla se mezcló con el tri-n-octil acetoxi estaño obtenido anteriormente y se utilizó como materia prima de la etapa posterior (12-3).

Etapa (12-3): Reacción de redistribución de grupos alquilo

10 Se recuperaron 145,3 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 en una atmósfera de nitrógeno con la excepción de la utilización de 146,5 g de la mezcla obtenida en la etapa (12-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla de di-n-octil diacetoxi estaño y n-octil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 95,5% en peso.

15

Etapa (12-4): Regeneración del catalizador de dialquil estaño a partir de compuestos de dialquil estaño

20 Se obtuvieron 129,1 g de una solución que contenía el 94,7% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 144,3 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (12-3) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1, y la utilización de 322 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 212,8 g de 3-metil-1-butanol.

25 Ejemplo 13

Etapa (13-1): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

30 Se obtuvieron 227,2 g de una mezcla de tri-n-octil propioniloxi estaño, di-n-octil dipropioniloxi estaño y, según la $^{119}\text{Sn-RMN}$, compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1) del ejemplo 2 con la excepción de la utilización de 215 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (7-2) del ejemplo 7 en lugar de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) del ejemplo 1, y la utilización de 317,9 g de anhídrido propiónico en lugar de anhídrido acético. El contenido de tri-n-octil propioniloxi estaño en la mezcla fue del 22,8% en peso, mientras que el contenido de di-n-octil dipropioniloxi estaño fue del 63,4% en peso.

35

Etapa (13-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

40 Se recuperaron 222,5 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1) del ejemplo 2 con la excepción de la utilización de 223,2 g de la mezcla obtenida en la etapa (13-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (2-1). Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-octil dipropioniloxi estaño, tri-n-octil propioniloxi estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-dipropioniloxi diestannoxano, y el contenido de di-n-octil dipropioniloxi estaño fue del 63,0% en peso, el contenido de tri-n-octil propioniloxi estaño fue de aproximadamente el 5% en peso, y el contenido de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-dipropioniloxi diestannoxano fue del 30,0% en peso.

45

Etapa (13-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

50 Se obtuvieron 192,3 g de una solución que contenía el 92,8% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 221,8 g de la mezcla obtenida en la etapa (13-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-6) del ejemplo 1, y la utilización de 322 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 298,8 g de 3-metil-1-butanol.

55

Ejemplo 14

Etapa (14-1): Reacción de desalquilación

60 Se obtuvieron 238,7 g de una mezcla que contenía el 86,0% en peso de di-n-octil dipropioniloxi estaño llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 230 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (7-2) del ejemplo 7 en lugar de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) del ejemplo 1, y la utilización de 195,2 g de ácido propiónico en lugar de ácido acético y la utilización de 340,2 g de anhídrido propiónico en lugar de anhídrido acético.

65

Etapa (14-2): Separación de formas dialquilo

5 Se obtuvieron 191,9 g de un destilado llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-2) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 237,1 g de la mezcla que contenía el 86,0% en peso de di-n-octil dipropioniloxi estaño obtenida en la etapa (14-1) y haciendo que la temperatura fuese de 200°C. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN en el destilado, se encontró que el destilado era di-n-octil diacetoxi estaño.

Etapa (14-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

10 Se obtuvieron 211,3 g de una mezcla que contenía el 84,5% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 237,1 g de la mezcla que contenía el 86,0% en peso de la di-n-octil dipropioniloxi estaño obtenido en la etapa (14-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1, y la utilización de 396 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 354,5 g de 3-metil-1-butanol.

Ejemplo 15

Etapa (15-1): Separación de tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño

20 Se obtuvieron 43,1 g de un destilado y 146,1 g de un residuo en un matraz llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (11-1) del ejemplo 11 con la excepción de la utilización de 190 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (7-2) del ejemplo 7. Se llevaron a cabo las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN sobre el destilado y el residuo en el matraz. Se encontró que el destilado era tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño. Se encontró que el residuo en el matraz era una mezcla que contenía el 77,6% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano y, según la ¹¹⁹Sn-RMN, compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm.

30 Etapa (15-2): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 42,2 g del tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (15-1) en un matraz de 300 ml en forma de pera, seguido de la adición de 28,7 g de ácido propiónico y 51,5 g de anhídrido propiónico y agitación durante 1 hora a 25°C. Cuando se tomaron muestras de la solución y se analizaron mediante cromatografía de gases, se confirmó que se había formado propionato de isoamilo. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y, después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 80°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y el propionato de isoamilo y el exceso de ácido propiónico y anhídrido propiónico se separaron por destilación para obtener 41,1 g de un residuo en el interior del matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se determinó que el residuo era tri-n-octil propioniloxi estaño.

45 Por otro lado, se colocaron 145,1 g del residuo que contenía el 77,6% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano obtenido en la etapa (15-1) en un recipiente de presión metálico de 500 ml, seguido de la adición de 128,9 g de ácido propiónico y 226,7 g de anhídrido propiónico y agitación. A continuación, el recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 4 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), el contenido se transfirió a un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y se sustituyó el interior del matraz con nitrógeno en vacío, seguido de la inmersión del matraz en un baño de aceite calentado a 80°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el exceso de ácido propiónico y anhídrido propiónico para obtener 167,7 g de residuo en el matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se determinó que el residuo era una mezcla que contenía di-n-octil dipropioniloxi estaño y n-octil tripropioniloxi estaño, y el contenido de di-n-octil dipropioniloxi estaño en el residuo fue del 77,0% en peso, mientras que el contenido de n-octil tripropioniloxi estaño fue del 22,4% en peso. Esta mezcla se mezcló con el tri-n-octil propioniloxi estaño obtenido anteriormente y se utilizó como materia prima de la etapa posterior (15-3).

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

Se recuperaron 205,9 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 en una atmósfera de nitrógeno con la excepción de la utilización de 207,2 g de la mezcla obtenida en la etapa (15-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla de di-n-octil dipropioniloxi estaño y n-octil tripropioniloxi estaño, y el contenido de di-n-octil dipropioniloxi estaño en la mezcla fue del 91,0% en peso.

Etapa (15-4): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 171,5 g de una solución que contenía el 90,8% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 204,6 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (15-3) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1, y la utilización de 332 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 284,1 g de 3-metil-1-butanol.

Ejemplo 16

Etapa (16-1): Producción del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 893 g (2,48 moles) de óxido de di-n-octil estaño (Sankyo Organic Chemicals Co., Ltd., Japón) y 2.403 g (23,6 moles) de 2-etil-1-butanol en un matraz volumétrico de 5.000 ml en forma de pera. El matraz se conectó a un evaporador al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno que fluía a presión normal. Después de cerrar la válvula de purga del evaporador para reducir la presión en el interior del sistema, la válvula de purga se abrió gradualmente para dejar fluir el nitrógeno en el sistema y volver a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó a aproximadamente 165°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después de calentar durante aproximadamente 40 minutos en presencia de nitrógeno a presión atmosférica con la válvula de purga del evaporador en posición abierta, se inició la destilación de 2-etil-1-butanol que contenía agua. Después de mantenerse en este estado durante 7 horas, se cerró la válvula de purga, la presión en el interior del sistema se redujo gradualmente y se destiló el exceso de 2-etil-1-butanol con la presión en el interior del sistema de 74 a 25 kPa. Después de no observar más fracción, se extrajo el matraz del baño de aceite. Después de dejar enfriar el matraz hasta cerca de la temperatura ambiente (25°C), la válvula de purga se abrió gradualmente y la presión en el interior del sistema se devolvió a la presión atmosférica. Se obtuvieron 1.114 g de líquido de reacción en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de ¹¹⁹Sn-RMN, ¹H-RMN y ¹³C-RMN, se confirmó que se había obtenido 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano con un rendimiento del 99% basándose en el óxido de di-n-octil estaño. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 13.380 g de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano.

Etapa (16-2): Producción de éster de ácido carbónico y recuperación de la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se produjo éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 2. Se suministró 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano producido de la forma descrita anteriormente a un flujo de 6.074 g/h desde un tubo de transferencia -4- en un recipiente de reacción de tipo columna -102- relleno con empaquetamiento Metal Gauze CY y que tenía un diámetro interior de 151 mm y una longitud eficaz de 5.040 mm, y se suministró 2-etil-1-butanol purificado con una columna de destilación -101- a un flujo de 12.260 g/h desde un tubo de transferencia -2-. La temperatura del líquido en el interior del recipiente de reacción -102- se controló hasta 160°C mediante un calentador y un rehervidor -112- y la presión se ajustó a aproximadamente 120 kPa-G con una válvula de control de la presión. El tiempo de residencia en el recipiente de reacción fue de aproximadamente 17 minutos. Se bombearon 2-etil-1-butanol que contenía agua a un flujo de 12.344 g/h desde la parte superior del recipiente de reacción a través de un tubo de transferencia -6- y 2-etil-1-butanol a un flujo de 958 g/h a través de un tubo de alimentación -1-, a la columna de destilación -101- rellena con empaquetamiento Metal Gauze CY y provista de un rehervidor -111- y un condensador -121- para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna de destilación -101-, se condensó una fracción que contenía una concentración elevada de agua mediante un condensador -121- y se recuperó desde un tubo de recuperación -3-. El 2-etil-1-butanol purificado se bombeó al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un tubo de transferencia -2- situado en la parte inferior de la columna de destilación -101-. Se obtuvo una composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño que contenía di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano de la parte inferior del recipiente de reacción de tipo columna -102- y se suministró a un evaporador de película delgada -103- a través de un tubo de transferencia -5-. El 2-etil-1-butanol se separó por destilación en el evaporador de película delgada -103- y se devolvió al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un condensador -123-, un tubo de transferencia -8- y un tubo de transferencia -4-. La composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño se bombeó desde la parte inferior del evaporador de película delgada -103- a través de un tubo de transferencia -7- y se suministró a un autoclave -104-, mientras se ajustaba la velocidad de flujo del di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño y del 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano a aproximadamente 6.945 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave mediante un tubo de transferencia -9- con un flujo de 973 g/h y la presión en el interior del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura en el interior del autoclave se fijó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo). Este líquido de reacción se transfirió a un tanque de descarbonización -105- a través de un tubo de transferencia -10- y una válvula de control para eliminar el dióxido de carbono residual y se recuperó el dióxido de

5 carbono desde un tubo de transferencia -11-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió a un evaporador de película delgada -106- fijado a aproximadamente 142°C y aproximadamente 0,5 kPa a través de un tubo de transferencia -12- y se suministró mientras se ajustaba la velocidad de flujo del 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano a aproximadamente 6.074 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo). Por otro lado, el residuo de evaporación se hizo circular al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un tubo de transferencia -13- y un tubo de transferencia -14-, mientras se ajustaba la velocidad de flujo del 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano a aproximadamente 6.074 g/h. La fracción que contenía carbonato de bis(2-etilbutilo) se suministró a una columna de destilación -107- rellena con empaquetamiento Metal Gauze CY y equipada con un rehervidor -117- y un condensador -127- a través de un condensador -126- y un tubo de transferencia -14- a un flujo de 959 g/h, seguido de una purificación por destilación para obtener carbonato de bis(2-etilbutilo) al 99% en peso desde un tubo de recuperación -16- a un flujo de 1.075 g/h. Cuando la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño de un tubo de transferencia -13- se analizó mediante análisis ¹¹⁹Sn-RMN, ¹H-RMN y ¹³C-RMN, se encontró que contenía 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano, pero no contenía di-n-octil-bis(2-etilbutiloxi) estaño. Después de llevar a cabo la operación continua mencionada anteriormente durante aproximadamente 220 horas, se extrajo la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño desde un tubo de extracción -16- a un flujo de 18 g/h, se suministró el 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano producido, según el procedimiento anterior, desde un tubo de alimentación -17- a un flujo de 18 g/h y se extrajeron 180 g de una composición del catalizador de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano desde el tubo de extracción -16-. Como resultado del análisis mediante ¹¹⁹Sn-RMN, además de contener aproximadamente el 55% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano, se observaron tri-n-octil(2-etilbutiloxi) estaño y una pluralidad de desplazamientos de RMN de componentes desactivados de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano de -240 a -605 ppm. Esta composición del catalizador se utilizó como una composición de formas desactivadas.

25 Etapa (16-3): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se obtuvieron 174,5 g de una mezcla de tri-n-octil acetoxi estaño, di-n-octil diacetoxi estaño y, según la ¹¹⁹Sn-RMN, compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1) del ejemplo 2 con la excepción de la utilización de 180 g de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (16-2) en lugar de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) del ejemplo 1 y la utilización de 202,1 g de anhídrido acético. El contenido de tri-n-octil acetoxi estaño en la mezcla fue del 26,4% en peso y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño fue del 57,9% en peso.

35 Etapa (16-4): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se recuperaron 172,0 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1) del ejemplo 2 con la excepción de la utilización de 173,1 g de la mezcla obtenida en la etapa (16-3) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (2-1) del ejemplo 2. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN sobre el líquido de reacción, se determinó que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño, tri-n-octil acetoxi estaño y 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-diacetoxi diestannoxano, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño fue del 57,8% en peso, el contenido de tri-n-octil acetoxi estaño fue aproximadamente del 3% en peso y el contenido de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-diacetoxi diestannoxano fue del 37,8% en peso.

45 Etapa (16-5): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 165,2 g de una solución que contenía el 95,6% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 171,1 g de la mezcla obtenida en la etapa (16-4) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 255 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 303,7 g de 2-etil-1-butanol.

Ejemplo 17

55 Etapa (17-1): Reacción de desalquilación

Se obtuvieron 202,6 g de una mezcla que contenía el 83,8% en peso de di-n-octil diacetoxi estaño llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 215 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del ejemplo 16 en lugar de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) del ejemplo 1, y la utilización de 141,9 g de ácido acético y 241,2 g de anhídrido acético.

Etapa (17-2): Separación de las formas dialquilo

65 Se obtuvieron 195,1 g de un destilado llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-2) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 200,5 g de la mezcla que contenía el 83,8% en peso de di-n-octil diacetoxi

estaño obtenida en la etapa (17-1) a una temperatura de 200°C. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre el destilado, se encontró que el destilado era di-n-octil diacetoxi estaño.

Etapa (17-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 181,0 g de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 193,6 g de di-n-octil diacetoxi estaño obtenido en la etapa (17-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 311 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 365,9 g de 2-etil-1-butanol.

Ejemplo 18

Etapa (18-1): Separación de tri-n-octil(2-etilbutiloxi) estaño

Se obtuvieron 36,2 g de destilado y 110,6 g de residuo en un matraz llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (11-1) del ejemplo 11 con la excepción de la utilización de 148 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del ejemplo 16 y fijando la temperatura del baño de aceite a 250°C. Se encontró que el destilado era tri-n-octil(2-etilbutiloxi) estaño y se encontró que el residuo en el interior del matraz era una mezcla que contenía el 72,8% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano y, según la $^{119}\text{Sn-RMN}$, compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm.

Etapa (18-2): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 35,1 g del tri-n-octil(2-etilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (18-1) en un matraz de 300 ml en forma de pera, seguido de la adición de 23,3 g de ácido propiónico y 40,9 g de anhídrido propiónico y agitación durante 1 hora a 25°C. Cuando se tomaron muestras de la solución y se analizaron mediante cromatografía de gases, se confirmó que se había formado propionato de isoamilo. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y, después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 80°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y el propionato de isoamilo y el exceso de ácido propiónico y anhídrido propiónico se separaron por destilación para obtener 33,3 g de un residuo en el interior del matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se determinó que el residuo era tri-n-octil propioniloxi estaño.

Por otro lado, se colocaron 110,1 g del residuo que contenía el 72,8% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano obtenido en la etapa (18-1) en un recipiente de presión metálico de 500 ml, seguido de la adición de 95,2 g de ácido propiónico y 167,2 g de anhídrido propiónico y agitación. A continuación, el recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 3,5 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), el contenido se transfirió a un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y se sustituyó el interior del matraz con nitrógeno en vacío, seguido de la inmersión del matraz en un baño de aceite calentado a 80°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el exceso de anhídrido propiónico y ácido propiónico y similares para obtener 123,4 g de residuo en el matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se determinó que el residuo era una mezcla que contenía di-n-octil dipropioniloxi estaño y n-octil tripropioniloxi estaño, y el contenido de di-n-octil dipropioniloxi estaño en el residuo fue del 73,6% en peso, mientras que el contenido de n-octil tripropioniloxi estaño fue del 26,1% en peso. Esta mezcla se mezcló con el tri-n-octil tripropioniloxi estaño obtenido anteriormente y se utilizó como materia prima de la etapa posterior (18-3).

Etapa (18-3): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se recuperaron 153,8 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 en una atmósfera de nitrógeno con la excepción de la utilización de 154,5 g de la mezcla obtenida en la etapa (18-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla de di-n-octil dipropioniloxi estaño y n-octil tripropioniloxi estaño, y el contenido de di-n-octil dipropioniloxi estaño en la mezcla fue del 90,5% en peso.

Etapa (18-4): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 131,5 g de una solución que contenía el 90,5% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 152,2 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (18-3) en lugar del líquido de reacción obtenido en

la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 286 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 244,9 g de 2-etil-1-butanol.

Ejemplo 19

5

Etapa (19-1): Reacción de desalquilación

Se obtuvieron 219,4 g de una mezcla que contenía el 84,0% en peso de di-n-octil dipropioniloxi estaño llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 220 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del ejemplo 16 en lugar de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) del ejemplo 1 y la utilización de 179,3 g de ácido propiónico en lugar de ácido acético y la utilización de 315,0 g de anhídrido propiónico en lugar de anhídrido acético.

15 Etapa (19-2): Separación de las formas dialquilo

Se obtuvieron 212,4 g de un destilado llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-2) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 217,4 g de la mezcla que contenía el 84,0% en peso de di-n-octil dipropioniloxi estaño obtenido en la etapa (19-1) a una temperatura de 220°C. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ en el destilado, se encontró que el destilado era di-n-octil dipropioniloxi estaño.

Etapa (19-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 194,4 g de una mezcla que contenía el 81,7% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 211,3 g de la mezcla que contenía el 86,0% en peso de di-n-octil dipropioniloxi estaño obtenido en la etapa (19-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 411 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 318,0 g de 2-etil-1-butanol.

30 Ejemplo 20

Etapa (20-1): Separación de tri-n-octil(2-etilbutiloxi) estaño

Se obtuvieron 48,3 g de destilado y 138,8 g de residuo en un matraz llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (11-1) del ejemplo 11 con la excepción de la utilización de 188 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del ejemplo 16 y la fijación de la temperatura del baño de aceite a 250°C. Se encontró que el destilado era tri-n-octil(2-etilbutiloxi) estaño y se encontró que el residuo en el interior del matraz era una mezcla que contenía el 74,0% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano y, según la $^{119}\text{Sn-RMN}$, compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm.

Etapa (20-2): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 47,2 g del tri-n-octil(2-etilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (20-1) en un matraz de 300 ml en forma de pera, seguido de la adición de 80,3 g de ácido hexanoico y 92,6 g de anhídrido hexanoico y agitación durante 1 hora a 25°C. Cuando se tomaron muestras de la solución y se analizaron mediante cromatografía de gases, se confirmó que se había formado propionato de isoamilo. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y, después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 80°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y el (2-etilbutiloxi)hexanoato y el exceso de ácido hexanoico y anhídrido hexanoico y similares se separaron por destilación para obtener 48,3 g de un residuo en el interior del matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se determinó que el residuo era tri-n-octil hexanoniloxi estaño.

Por otro lado, se colocaron 137,2 g del residuo que contenía el 74,0% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano obtenido en la etapa (20-1) en un recipiente de presión metálico de 500 ml, seguido de la adición de 130,8 g de ácido hexanoico y 331,0 g de anhídrido propiónico y agitación. A continuación, el recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 6,2 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), el contenido se transfirió a un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y se sustituyó el interior del matraz con nitrógeno en vacío, seguido de la inmersión del matraz en un baño de aceite calentado a 80°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el exceso de anhídrido hexanoico y ácido hexanoico y similares para obtener 185,3 g de residuo en el matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$,

se determinó que el residuo era una mezcla que contenía di-n-octil dihexanoniloxi estaño y n-octil trihexanoniloxi estaño, y el contenido de di-n-octil dihexanoniloxi estaño en el residuo fue del 71,5% en peso, mientras que el contenido de n-octil trihexanoniloxi estaño fue del 28,5% en peso. Esta mezcla se mezcló con el tri-n-octil trihexanoniloxi estaño obtenido anteriormente y se utilizó como materia prima de la etapa posterior (20-3).

5 Etapa (20-3): Reacción de redistribución de grupos alquilo

10 Se recuperaron 229,6 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 en una atmósfera de nitrógeno con la excepción de la utilización de 230,5 g de la mezcla obtenida en la etapa (20-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ^1H -RMN y ^{119}Sn -RMN sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-octil dihexanoniloxi estaño y n-octil trihexanoniloxi estaño, y el contenido de di-n-octil dihexanoniloxi estaño en la mezcla fue del 88,3% en peso.

15 Etapa (20-4): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

20 Se obtuvieron 193,4 g de una solución que contenía el 88,1% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 225,1 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (20-3) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 280 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 327,7 g de 2-etil-1-butanol.

Ejemplo 21

25 Etapa (21-1): Reacción de desalquilación

30 Se obtuvieron 274,7 g de una mezcla que contenía el 77,4% en peso de di-n-octil dihexanoniloxi estaño llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 217 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del ejemplo 16 en lugar de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) del ejemplo 1 y la utilización de 266,2 g de ácido hexanoico en lugar de ácido acético y la utilización de 204,6 g de anhídrido hexanoico en lugar de anhídrido acético.

35 Etapa (21-2): Separación de las formas dialquilo

40 Se obtuvieron 202,1 g de un destilado llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (6-2) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 273,9 g de la mezcla que contenía el 77,4% en peso de di-n-octil dihexanoniloxi estaño obtenido en la etapa (21-1) a una temperatura de 220°C. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ^1H -RMN y ^{119}Sn -RMN en el destilado, se encontró que el destilado era di-n-octil dihexanoniloxi estaño.

45 Etapa (21-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

50 Se obtuvieron 194,4 g de una mezcla que contenía el 81,7% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 211,3 g de la mezcla de di-n-octil dihexanoniloxi estaño obtenido en la etapa (21-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 411 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 318,0 g de 2-etil-1-butanol.

Ejemplo 22

55 Etapa (22-1): Reacción de intercambio de sustituyentes de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

60 Se separó por destilación el anhídrido maleico en exceso para obtener 232,1 g de una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm, cerca de -150 ppm y cerca de 100 ppm, según se determinó mediante ^{119}Sn -RMN, llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1) del ejemplo 2 con la excepción de la utilización de 210 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del ejemplo 16 en lugar de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) del ejemplo 1 y la utilización de 362,2 g de anhídrido maleico en lugar de anhídrido acético.

65 Etapa (22-2): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se recuperaron 228,3 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (2-1) del ejemplo 2 con la excepción de la utilización de 230,8 g de la mezcla obtenida en la etapa (22-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (2-1) del ejemplo 2. Cuando se llevaron a cabo las mediciones ^1H -RMN y ^{119}Sn -RMN sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla de compuestos orgánicos de

estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm, cerca de -140 a -200 ppm y cerca de 100 ppm, según se determinó mediante ^{119}Sn -RMN. En particular, la proporción del valor integrado de la pluralidad de picos cerca de 100 ppm y la proporción del valor integrado de los picos de -240 a -605 ppm con respecto al valor integrado de todos los picos eran considerablemente más bajas que la proporción entre el valor integrado en la composición obtenida en la etapa (22-1).

Etapa (22-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 168,1 g de una solución que contenía el 87,4% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 220,1 g de la mezcla obtenida en la etapa (22-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 255 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 303,6 g de 2-etil-1-butanol.

Ejemplo 23

Etapa (23-1): Reacción de desalquilación

Se llevó el mismo procedimiento que en la etapa (6-1) del ejemplo 6 con la excepción de la utilización de 197 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (16-2) del ejemplo 16 en lugar de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (1-2) del ejemplo 1 y la utilización de 152,7 g de ácido maleico y 129,5 g de anhídrido maleico en lugar de ácido acético y anhídrido acético. El ácido maleico en exceso y el anhídrido maleico y similares se separaron por destilación para obtener 214,8 g de la mezcla resultante. Se determinó mediante ^{119}Sn -RMN que esta mezcla era una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm y cerca de -140 a -200 ppm.

Etapa (23-2): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 164,3 g de una solución que contenía el 81,2% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi)diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 213,1 g del di-n-octil diacetoxi estaño obtenido en la etapa (23-1) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 443 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 296,8 g de 2-etil-1-butanol.

Ejemplo 24

Etapa (24-1): Producción de tetraalquil dialcoxi diestannoxano

Se colocaron 692 g (2,78 moles) de óxido de di-n-butil estaño y 2.000 g (27 moles) de 1-butanol (Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) en un matraz volumétrico de 3.000 ml en forma de pera. El matraz que contenía la mezcla blanca de tipo suspensión se conectó a un evaporador al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga de este evaporador se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno a presión normal. Después de cerrar la válvula de purga del evaporador para reducir la presión en el interior del sistema, la válvula de purga se abrió gradualmente para dejar fluir el nitrógeno en el sistema y volver a la presión normal. La temperatura del baño de aceite se fijó a aproximadamente 126°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después de girar y de calentar durante aproximadamente 30 minutos a presión normal con la válvula de purga del evaporador en posición abierta, se puso la mezcla a ebullición y se inició la destilación del componente de bajo punto de ebullición. Después de mantenerse en este estado durante 8 horas, se cerró la válvula de purga, se redujo gradualmente la presión en el interior del sistema y se separó por destilación el componente residual de bajo punto de ebullición con la presión en el interior del sistema de 76 a 54 kPa. Después de no observar más el componente de bajo punto de ebullición, se extrajo el matraz del baño de aceite. El líquido de reacción estaba en forma de un líquido transparente. El matraz se extrajo posteriormente del baño de aceite, la válvula de purga se abrió gradualmente y la presión en el interior del sistema se devolvió a la presión normal. Se obtuvieron 952 g de líquido de reacción en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de ^{119}Sn -RMN, ^1H -RMN y ^{13}C -RMN, se determinó que el líquido de reacción era 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano y el rendimiento basado en óxido de di-n-butil estaño fue del 99%. A continuación, se repitió el mismo procedimiento 12 veces para obtener un total de 11.488 g de 1,1,3,3-tetra n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano.

Etapa (24-2): Producción de éster de ácido carbónico y obtención de la composición de formas desactivadas del catalizador de alcóxido de alquil estaño que contiene formas desactivadas

Se produjo éster de ácido carbónico en un aparato de producción continua, tal como se muestra en la figura 2. Se suministró 1,1,3,3-tetra-butil-1,3-bi(butiloxi) diestannoxano producido en la etapa 1 a un flujo de 4.201 g/h desde un

tubo de transferencia -4- en un recipiente de reacción de tipo columna relleno con empaquetamiento Mellapak 750Y y que tenía un diámetro interior de 151 mm y una longitud eficaz de 5.040 mm, y se suministró 1-butanol purificado con una columna de destilación -101- al recipiente de reacción de tipo columna -102- a un flujo de 24.717 g/h desde un tubo de transferencia -2-. La temperatura del líquido en el interior del recipiente de reacción -102- se controló hasta 160°C mediante un calentador y un rehervidor -112- y la presión se ajustó a aproximadamente 250 kPa-G con una válvula de control de la presión. El tiempo de residencia en el recipiente de reacción fue de aproximadamente 10 minutos. Se bombearon 1-butanol que contenía agua a un flujo de 24.715 g/h desde la parte superior del recipiente de reacción a través de un tubo de transferencia -6- y 1-butanol a un flujo de 824 g/h a través de un tubo de alimentación -1-, a la columna de destilación -101- rellena con empaquetamiento Metal Gauze CY y provista de un rehervidor -111- y un condensador -121- para llevar a cabo la purificación por destilación. En la parte superior de la columna de destilación -101-, se condensó una fracción que contenía una concentración elevada de agua mediante un condensador -121- y se recuperó desde un tubo de recuperación -3-. El 1-butanol purificado se bombeó a través de un tubo de transferencia -2- situado en la parte inferior de la columna de destilación -101-. Se obtuvo una composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño que contenía dibutóxido de dibutil estaño y 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano de la parte inferior del recipiente de reacción de tipo columna -102- y se suministró a un evaporador de película delgada -103- a través de un tubo de transferencia -5-. El 1-butanol se separó por destilación en el evaporador de película delgada -103- y se devolvió al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un condensador -123-, un tubo de transferencia -8- y un tubo de transferencia -4-. La composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño se bombeó desde la parte inferior del evaporador de película delgada -103- a través de un tubo de transferencia -7- y se suministró a un autoclave -104-, mientras se ajustaba la velocidad de flujo de los componentes activos en forma de dibutóxido de dibutil estaño y 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano a aproximadamente 4.812 g/h. Se suministró dióxido de carbono al autoclave mediante un tubo de alimentación -9- con un flujo de 973 g/h y la presión en el interior del autoclave se mantuvo a 4 MPa-G. La temperatura en el interior del autoclave se fijó a 120°C, el tiempo de residencia se ajustó a aproximadamente 4 horas y se llevó a cabo una reacción entre el dióxido de carbono y la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño para obtener un líquido de reacción que contenía carbonato de dibutilo. Este líquido de reacción se transfirió a un tanque de descarbonización -105- a través de un tubo de transferencia -10- y una válvula de control para eliminar el dióxido de carbono residual y se recuperó el dióxido de carbono desde un tubo de transferencia -11-. Posteriormente, el líquido de reacción se transfirió a un evaporador de película delgada -106- fijado a aproximadamente 140°C y aproximadamente 1,4 kPa a través de un tubo de transferencia -12- y se suministró mientras se ajustaba la velocidad de flujo del 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano a aproximadamente 4.201 g/h para obtener una fracción que contenía carbonato de dibutilo. Por otro lado, el residuo de evaporación se hizo circular al recipiente de reacción de tipo columna -102- a través de un tubo de transferencia -13- y un tubo de transferencia -4-, mientras se ajustaba la velocidad de flujo del 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano a aproximadamente 4.201 g/h. La fracción que contenía carbonato de dibutilo se suministró a una columna de destilación -107- rellena con empaquetamiento Metal Gauze CY y equipada con un rehervidor -117- y un condensador -127- a través de un condensador -126- y un tubo de transferencia -14- a un flujo de 830 g/h, seguido de una purificación por destilación para obtener carbonato de bis(3-metilbutilo) al 99% en peso desde un tubo de recuperación -16- a un flujo de 814 g/h. Cuando la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño de un tubo de transferencia -13- se analizó mediante análisis ^{119}Sn -RMN, ^1H -RMN y ^{13}C -RMN, se encontró que contenía 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano, pero no contenía dibutóxido de dibutil estaño. Después de llevar a cabo la operación continua mencionada anteriormente durante aproximadamente 600 horas, se extrajo la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño desde un tubo de extracción -16- a un flujo de 16 g/h, mientras se suministraba 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano producido en la etapa 1, desde un tubo de alimentación -17- a un flujo de 16 g/h. Se tomó una muestra de aproximadamente 120 g de líquido del tubo de extracción -16- y cuando se analizó mediante ^{119}Sn -RMN, se determinó que contenía aproximadamente el 60% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano y mostraba una pluralidad de desplazamientos de RMN procedentes de butóxido de tributil estaño y un componente de punto de ebullición elevado que se encontraban de -240 a -605 ppm.

Etapa (24-3): Obtención de dialcóxido de dialquil estaño a partir de la composición de formas desactivadas del catalizador de alcóxido de alquil estaño que contiene formas desactivadas

Se mezclaron las sustancias de partida en forma de 120 g de la composición del catalizador de alcóxido de alquil estaño que contenía formas desnaturalizadas térmicamente obtenida en la etapa 2 y 332,5 g (1,91 moles) de carbonato de dibutilo producido en la etapa 2 en un matraz volumétrico de 500 ml en forma de pera en una caja de guantes sustituida con nitrógeno y, a continuación, se tapó. El matraz que contenía la mezcla se unió a un evaporador al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga de este evaporador se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno a presión normal. Después de cerrar la válvula de purga del evaporador para reducir la presión en el interior del sistema, la válvula de purga se abrió gradualmente para dejar fluir el nitrógeno en el sistema y volver a la presión normal para sustituir el interior del aparato de reacción con nitrógeno. La temperatura del baño de aceite se fijó a aproximadamente 150°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador. Después de girar y calentar durante aproximadamente 3 horas a presión normal con la válvula de purga del evaporador en posición abierta, se cerró la válvula de purga, se redujo gradualmente la presión en el interior del sistema y se separaron por destilación los reactivos residuales con la presión en el interior del sistema de 20 a 3

kPa. Después de no observar más destilado, se extrajo el matraz del baño de aceite para obtener 140,5 g de un líquido de reacción.

(Separación por destilación del líquido de reacción)

A continuación, se colocaron 135,3 g del líquido de reacción en un matraz volumétrico de tres bocas de 200 ml equipado con una válvula de tres vías, una columna de destilación rellena con Helipack No. 3 y que medía 45 cm de longitud, una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro a través de la válvula de tres vías utilizando una jeringa hermética a los gases (Hamilton Inc.), mientras se dejaba fluir el gas nitrógeno a un flujo de 0,3 l/min. El matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a aproximadamente 175°C. Después de llevar a cabo la agitación y el calentamiento durante aproximadamente 20 minutos, la temperatura del líquido de reacción fue de aproximadamente 167°C. La presión en el interior del aparato se redujo gradualmente y se llevó a cabo la destilación a aproximadamente 0,2 kPa. Se recuperó el destilado 1 a un flujo de aproximadamente 0,5 ml/min. Después de no observar más el destilado 1, se redujo adicionalmente la presión en el interior del aparato hasta aproximadamente 0,03 kPa y se continuó la destilación para recuperar el destilado 2 a un flujo de aproximadamente 0,5 ml/min. No se observó más destilado después de aproximadamente 2 horas, se liberó la descompresión en el aparato y se interrumpió el calentamiento para terminar la destilación. Las cantidades del destilado 1, destilado 2 y del residuo resultantes en el matraz fueron 31,8 g, 72,9 g y 30,6 g, respectivamente. Se llevó a cabo un análisis de RMN en el destilado 1, el destilado 2 y el residuo en el matraz. Se obtuvieron el 81,2% en peso de tri-n-butil butoxi estaño y el 18,2% en peso de carbonato de dibutilo en el destilado 1, mientras que se obtuvo el 99,0% en peso de di-n-butil dibutoxi estaño en el destilado 2. El residuo en el matraz contenía aproximadamente el 1% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano y se observó una pluralidad de desplazamientos de RMN que procedían de un componente de punto de ebullición elevado de -240 a -605 ppm.

Etapa (24-4): Reacción de intercambio de sustituyentes de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 30,2 g del destilado 1 obtenido en la etapa (24-3) en un matraz de 300 ml en forma de pera, seguido de la adición de 34,7 g de anhídrido acético y agitación durante 1 hora a 25°C. Cuando se tomaron muestras de la solución y se sometieron a análisis mediante cromatografía de gases, se confirmó que se había formado acetato de butilo. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y, después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 80°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y el exceso de anhídrido acético y similares se separaron por destilación para obtener 29,2 g de un residuo en el interior del matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de ^1H -RMN y ^{119}Sn -RMN, se determinó que el residuo era una mezcla de tri-n-butil(butiloxi) estaño y carbonato de dibutilo.

Por otro lado, se colocaron 29,5 g del residuo en el interior del matraz obtenido en la etapa (24-3) en un recipiente de presión metálico de 500 ml, seguido de la adición de 57,3 g de anhídrido acético y agitación. A continuación, el recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 5,3 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), el contenido se transfirió a un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y se sustituyó el interior del matraz con nitrógeno en vacío, seguido de la inmersión del matraz en un baño de aceite calentado a 80°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el exceso de anhídrido acético y similares para obtener 39,0 g de residuo en el matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de ^1H -RMN y ^{119}Sn -RMN, se determinó que el residuo era una mezcla que contenía di-n-butil diacetoxi estaño y n-butil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-butil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 28,0% en peso, mientras que el contenido de n-butil triacetoxi estaño fue del 72,0% en peso. Esta mezcla se mezcló con el tri-n-butil acetoxi estaño obtenido anteriormente y se utilizó como materia prima de la etapa posterior (24-5).

Etapa (24-5): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se recuperaron 65,5 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 en una atmósfera de nitrógeno con la excepción de la utilización de 66,5 g de la mezcla obtenida en la etapa (24-4) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ^1H -RMN y ^{119}Sn -RMN sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-butil diacetoxi estaño y n-butil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-butil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 87,2% en peso.

Etapa (24-6): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 46,7 g de una solución que contenía el 95,1% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-di(butiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 65,1 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (24-5) en lugar del líquido de reacción obtenido en

la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 72 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 107,1 g de 1-butanol.

Ejemplo 25

Etapa (25-1): Obtención de dialcóxido de dialquil estaño a partir del compuesto de dialquil estaño que contiene formas desactivadas

Se suministraron 380 g de una composición de formas desactivadas obtenida llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (7-1) del ejemplo 7 a un aparato de destilación molecular (Modelo MS-300, Sibata Scientific Technology Ltd., Japón) a un flujo de 300 g/h y se separaron por destilación los componentes volátiles a una temperatura de aproximadamente 230°C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa. Se recuperaron 83,5 g de un componente de bajo punto de ebullición. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre el componente de bajo punto de ebullición, se encontró que el tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño estaba contenido en el 99% en peso (véase la figura 3). Se obtuvieron 295,5 g de un componente de punto de ebullición elevado y cuando se analizó mediante las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, además de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano, se observó una pluralidad de desplazamientos de RMN que procedían de formas desnaturalizadas térmicamente de -240 a -605 ppm. El contenido de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano contenido en el componente de punto de ebullición elevado fue del 76,9% en peso. Se mezclaron 264,3 g del componente de punto de ebullición elevado y 717,5 g (3,55 moles) de carbonato de bis(3-metilbutilo) producido en la etapa (7-2) del ejemplo 7 en un matraz en una atmósfera de nitrógeno, y se dejaron reaccionar durante 2 horas a 140°C en presencia de nitrógeno a presión atmosférica. Posteriormente, se suministró el líquido de reacción a un aparato de destilación molecular a un flujo de 300 g/h y el éster de ácido carbónico residual se separó a una temperatura de aproximadamente 150°C y una presión de aproximadamente 0,5 kPa para obtener un componente de punto de ebullición elevado en forma de aproximadamente 656 g de líquido. El componente de punto de ebullición elevado se suministró a un aparato de destilación molecular a un flujo de 300 g/h, seguido de separación por destilación a una temperatura de aproximadamente 240°C y una presión de aproximadamente 0,02 kPa para obtener 251,5 g de un componente de bajo punto de ebullición. El componente de bajo punto de ebullición contenía di-n-octil-bis(3-metilbutiloxi) estaño al 99,3% en peso. Por otra parte, se observó una pluralidad de desplazamientos de RMN en el componente de punto de ebullición elevado que procedía de un componente de punto de ebullición elevado de -240 a -605 ppm (véase la figura 4).

Etapa (25-2): Reacción de intercambio de sustituyentes de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 82,2 g del destilado 1 que contenía el 99% en peso de tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (25-1) en un matraz de 300 ml en forma de pera, seguido de la adición de 92,3 g de anhídrido acético y agitación durante 1 hora a 25°C. Cuando se tomaron muestras de la solución y se sometieron a análisis mediante cromatografía de gases, se confirmó que se había formado acetato de isoamilo. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y, después de sustituir el interior del matraz con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 80°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y el exceso de anhídrido acético y similares se separaron por destilación para obtener 78,0 g de un residuo en el interior del matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se determinó que el residuo era tri-n-octil acetoxi estaño (véase la figura 5).

Por otro lado, se colocaron 97,4 g del componente de punto de ebullición elevado obtenido en la etapa (25-1) en un recipiente de presión metálico de 500 ml, seguido de la adición de 30,1 g de ácido acético y 163,7 g de anhídrido acético y agitación. A continuación, el recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 4 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), el contenido se transfirió a un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y se sustituyó el interior del matraz con nitrógeno en vacío, seguido de la inmersión del matraz en un baño de aceite calentado a 80°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el exceso de anhídrido acético y similares para obtener 90,1 g de residuo en el matraz. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se determinó que el residuo era una mezcla que contenía principalmente n-octil triacetoxi estaño y el contenido de n-octil triacetoxi estaño en la mezcla fue del 87,1% en peso (véase la figura 6). Esta mezcla se mezcló con el tri-n-octil acetoxi estaño obtenido anteriormente y se utilizó como materia prima de la etapa posterior (25-3).

Etapa (25-3): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se recuperaron 165,8 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 en una atmósfera de nitrógeno con la excepción de la utilización de 167,2 g de la mezcla obtenida en la etapa (25-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una

mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño y n-octil triacetoxi estaño, y el contenido del di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 91,2% en peso.

Etapa (25-4): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 120,2 g de una solución que contenía el 89,9% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 166,4 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (25-3) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1, y la utilización de 430 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 215,5 g de 3-metil-1-butanol (véase la figura 7).

Ejemplo 26

Etapa (26-1): Recuperación de la composición de formas desactivadas formada acompañando la producción del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 520 g (2,1 moles) de óxido de dibutil estaño, 3.213 g (31,5 moles) de 2-etil-butanol y un agitador para la agitación en un matraz volumétrico de cuatro bocas de 5 l equipado con un controlador de vacío, un condensador conectado a una bomba de vacío y un tubo Dean-Stark. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 146°C y se inició la agitación. Después de continuar el calentamiento durante aproximadamente 20 minutos mientras se extraía el destilado, se redujo gradualmente la presión, después de lo cual se separó adicionalmente por destilación un componente de bajo punto de ebullición durante aproximadamente 20 minutos con la presión en el interior del sistema entre 76 y 30 kPa. El matraz se enfrió después de no observar más destilado. Se obtuvieron 722,1 g de un líquido de reacción en el matraz y como resultado del análisis mediante ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se encontró que el líquido de reacción contenía el 76,1% en peso de 1,1,3,3-di-n-butil-tetra(2-etilbutiloxi) estaño y el 13,3% en peso de tri-n-butil(2-etilbutoxi) estaño.

Etapa (26-2): Separación de tri-n-butil(2-etilbutiloxi) estaño

Se conectaron al matraz que contenía el líquido de reacción una válvula de tres vías, una columna de destilación rellena con Helipack No. 3, una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro, y el interior del sistema se sustituyó con nitrógeno. El matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a aproximadamente 190°C y se llevó a cabo la destilación mientras se reducía gradualmente la presión en el sistema a 1,3 kPa con una bomba de vacío para obtener un destilado 1. Se interrumpió el calentamiento y se terminó la destilación cuando no se observó más destilado líquido. Se recuperaron 93,1 g de destilado 1 y como resultado del análisis mediante ¹H-RMN, ¹³C-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se determinó que el destilado contenía el 98% en peso de tri-n-butil(2-etilbutiloxi) estaño. Además, se obtuvieron 624,7 g de residuo en el interior del matraz y, como resultado de analizar el residuo mediante ¹H-RMN, ¹³C-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se encontró que el residuo contenía el 87,3% en peso de 1,1,3,3-di-n-butil-tetra(2-etilbutiloxi) estaño.

Etapa (26-3): Reacción de intercambio de sustituyentes de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 92,0 g del destilado obtenido en la etapa (26-2), 71,4 g de ácido acético y 145,7 g de anhídrido acético en un matraz de 500 ml en forma de pera, y el matraz se colocó en un baño de agua controlado a 30°C, seguido de agitación durante 2 horas. El matraz se conectó a un evaporador rotatorio al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga de este evaporador se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno que fluía a presión normal. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se fijó a 40°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador rotatorio. Después de separar por destilación el exceso de ácido acético y anhídrido acético a una presión reducida de 0,1 kPa, se obtuvieron 82,3 g de un residuo en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de ¹H-RMN, ¹³C-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se encontró que el residuo contenía el 99% en peso de tri-n-butil acetoxi estaño.

Por otro lado, se colocaron 153,2 g en el matraz obtenido en la etapa (26-2) en un recipiente de presión metálico de 500 ml, seguido de la adición de 82,1 g de ácido acético y 232,7 g de anhídrido acético. A continuación, el recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 250°C y se calentó durante 5 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico, el contenido se transfirió a un matraz de 500 ml en forma de pera. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y se sustituyó el interior del matraz con nitrógeno en vacío, seguido de la inmersión del matraz en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el exceso de anhídrido acético y similares para obtener 159,9 g de residuo en el matraz. Se llevó a cabo el mismo procedimiento sobre los 470,3 g restantes de residuo en el matraz para obtener un total de 650,8 g de residuo. Cuando el residuo se sometió a las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se determinó que el residuo era una mezcla que contenía n-butil triacetoxi estaño y di-n-butil-bis(2-etilbutiloxi) estaño, y el contenido de n-butil triacetoxi estaño en la mezcla fue del 13,6% en peso, mientras que el contenido de di-n-butil-bis(2-etilbutiloxi) estaño fue del 86,2% en peso.

Esta mezcla se mezcló con el tri-n-butil acetoxi estaño obtenido anteriormente y se utilizó como materia prima de la etapa (26-4) posterior.

5 Etapa (26-4): Reacción de redistribución de grupos alquilo

Se recuperaron 726,5 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 en una atmósfera de nitrógeno con la excepción de la utilización de 728,2 g de la mezcla obtenida en la etapa (26-3) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se sometió el líquido de reacción a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-butil diacetoxi estaño y n-butilo triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-butil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 95,2% en peso.

15 Etapa (26-5): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 742,6 g de una solución que contenía el 97,1% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-butil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 724,6 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (26-4) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1, y la utilización de 830 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 1,951 g de 2-etil-1-butanol.

Ejemplo 27

25 Etapa (27-1): Recuperación de la composición de formas desactivadas formada acompañando la producción del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 562 g (1,56 moles) de óxido de dioctil estaño, 3.015 g (23,2 moles) de 2-etil-1-hexanol y un agitador para la agitación en un matraz volumétrico de cuatro bocas de 5 l equipado con un controlador de vacío, un condensador conectado a una bomba de vacío y un tubo Dean-Stark. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 180°C y se inició la agitación. Después de continuar el calentamiento durante aproximadamente 5 horas mientras se extraía el destilado, se redujo gradualmente la presión, después de lo cual se separó adicionalmente por destilación un componente de bajo punto de ebullición durante aproximadamente 5 horas con la presión en el interior del sistema entre 76 y 30 kPa. El matraz se enfrió después de no observar más destilado. Se obtuvieron 778,3 g de un líquido de reacción en el matraz y como resultado del análisis mediante $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se encontró que el líquido de reacción contenía el 40,1% en peso de 1,1,3,3-di-n-octil-tetra(2-etilhexiloxi) estaño, el 16,9% en peso de di-n-octil-bis(2-etilhexiloxi) estaño y el 25,8% en peso de tri-n-octil(2-etilhexiloxi) estaño.

40 Etapa (27-2): Reacción de intercambio de sustituyentes de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 775,8 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (27-1), 298,1 g de ácido acético y 544,3 g de anhídrido acético en un matraz de 2 l en forma de pera, y el matraz se colocó en un baño de agua controlado a 50°C, seguido de agitación durante 2 horas. El matraz se conectó a un evaporador rotatorio al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador rotatorio se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno que fluía a presión normal. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se fijó a 50°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador rotatorio. Después de separar por destilación el exceso de ácido acético y anhídrido acético a una presión reducida de 0,1 kPa, se obtuvieron 685,9 g de un residuo en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de $^1\text{H-RMN}$, $^{13}\text{C-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se encontró que el residuo era una mezcla que contenía tri-n-octil acetoxi estaño y di-n-octil diacetoxi estaño, y el contenido de tri-n-octil acetoxi estaño en la mezcla fue del 25,8% en peso, mientras que el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño fue del 58,9% en peso.

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

Se recuperaron 680,8 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 en una atmósfera de nitrógeno con la excepción de la utilización de 682,2 g de la mezcla obtenida en la etapa (27-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se sometió el líquido de reacción a las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño y tri-n-octil acetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 58,9% en peso, el contenido de tri-n-octil acetoxi estaño fue del 2,1% en peso y el contenido de 1,1,3,3-tetra-n-octil-diacetoxi diestannoxano fue del 37,8% en peso.

65 Etapa (27-4): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 710,8 g de una solución que contenía el 96,3% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilhexiloxi)

diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 678,3 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (27-3) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 833 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 1,917 g de 2-etil-1-hexanol.

5

Ejemplo 28

Etapa (28-1): Recuperación de la composición de formas desactivadas formada acompañando la producción del catalizador de dialquil estaño

10

Se colocaron 522 g (1,45 moles) de óxido de dioctil estaño, 944 g (5,08 moles) de 1-dodecanol y un agitador para la agitación en un matraz volumétrico de cuatro bocas de 5 l equipado con un controlador de vacío, un condensador conectado a una bomba de vacío y un tubo Dean-Stark. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 190°C y se inició la agitación. Después de continuar el calentamiento durante aproximadamente 10 horas mientras se extraía el destilado, se redujo gradualmente la presión, después de lo cual se separó adicionalmente por destilación un componente de bajo punto de ebullición durante aproximadamente 3 horas con la presión en el interior del sistema entre 76 y 20 kPa. El matraz se enfrió después de no observar más destilado. Se obtuvieron 823,6 g de un líquido de reacción en el matraz y como resultado del análisis mediante ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se encontró que el líquido de reacción contenía el 19,0% en peso de 1,1,3,3-di-n-octil-tetradodecil estaño, el 20,2% en peso de di-n-octil-didodeciloxi estaño y el 36,3% en peso de tri-n-octil-dodeciloxi estaño.

15

20

Etapa (28-2): Reacción de intercambio de sustituyentes de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

25

Se colocaron 819,3 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (28-1) y 887,3 g de anhídrido acético en un matraz de 2 l en forma de pera, y el matraz se colocó en un baño de agua controlado a 50°C, seguido de agitación durante 2 horas. El matraz se conectó a un evaporador rotatorio al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador rotatorio se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno que fluía a presión normal. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se fijó a 50°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador rotatorio. Después de separar por destilación el exceso de anhídrido acético y similares a una presión reducida de 0,1 kPa, se obtuvieron 701,2 g de un residuo en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de ¹H-RMN, ¹³C-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se encontró que el residuo era una mezcla que contenía el tri-n-octil acetoxi estaño y di-n-octil diacetoxi estaño, y el contenido de tri-n-octil acetoxi estaño en la mezcla fue del 37,3% en peso, mientras que el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño fue del 39,4% en peso.

30

35

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

40

Se recuperaron 698,4 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 en una atmósfera de nitrógeno con la excepción de la utilización de 700,5 g de la mezcla obtenida en la etapa (28-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se sometió el líquido de reacción a las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño y tri-n-octil acetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 39,4% en peso, el contenido de tri-n-octil acetoxi estaño fue del 3,7% en peso y el contenido de 1,1,3,3-tetra-n-octil-diacetoxi diestannoxano fue del 53,6% en peso.

45

Etapa (28-4): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

50

Se obtuvieron 711,8 g de una solución que contenía el 92,2% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-didodeciloxi diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 695,9 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (28-3) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 821 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 1.925 g de 1-dodecanol.

55

Ejemplo 29

Etapa (29-1): Recuperación de la composición de formas desactivadas formada acompañando la producción del catalizador de dialquil estaño

60

Se obtuvieron 662,0 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (27-1) del ejemplo 27 con la excepción de la utilización de 479 g (1,33 moles) de óxido de dioctil estaño y 2.594 g (20,0 moles) de 2-etil-1-hexanol. Como resultado del análisis mediante ¹H-RMN y ¹²⁹Sn-RMN, se encontró que el líquido de reacción contenía el 41,6% en peso de 1,1,3,3-di-n-octil-tetra(2-etilhexiloxi) estaño, el 15,7% en peso de di-n-octil-bis(2-etilhexiloxi) estaño y el 25,9% en peso de tri-n-octil(2-etilhexiloxi) estaño.

65

Etapa (29-2): Reacción de desalquilación

Se colocaron 660,1 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (29-1), 402,0 g de ácido acético y 434,1 g de anhídrido acético en un matraz de 2 l en forma de pera, y el matraz se colocó en un baño de agua controlado a 150°C, seguido de calentamiento y agitación durante 10 horas. El matraz se conectó a un evaporador rotatorio al que estaba conectado un baño de aceite equipado con un regulador de temperatura, una bomba de vacío y un controlador de vacío. La salida de la válvula de purga del evaporador rotatorio se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno que fluía a presión normal. Después de sustituir el interior del sistema con nitrógeno, la temperatura del baño de aceite se fijó a 50°C, el matraz se sumergió en el baño de aceite y se inició la rotación del evaporador rotatorio. Después de destilar el ácido acético en exceso y el anhídrido acético a una presión reducida de 0,1 kPa, se obtuvieron 568,2 g de un residuo en el matraz. Basándose en los resultados de los análisis de ¹H-RMN, ¹³C-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se encontró que el residuo era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 84,2% en peso.

15 Etapa (29-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 577,8 g de una solución que contenía el 81,1% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilhexiloxi) diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 565,9 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (29-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1, y la utilización de 833 ml de una solución acuosa de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 1.558 g de 2-etil-1-hexanol.

Ejemplo 30

25 Etapa (30-1): Recuperación de la composición de formas desactivadas formada acompañando la producción del catalizador de dialquil estaño

Se obtuvieron 851,5 g de un líquido de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (28-1) del ejemplo 28 con la excepción de la utilización de 539 g (1,50 moles) de óxido de dioctil estaño y 1.670 g (8,98 moles) de 1-dodecanol. El líquido de reacción contenía el 6,6% en peso de 1,1,3,3-di-n-octil-tetradodeciloxi estaño, el 21,4% en peso de di-n-octil-didodeciloxi estaño y el 43,0% en peso de tri-n-octil-dodeciloxi estaño.

Etapa (30-2): Reacción de desalquilación

Se obtuvieron 603,6 g de un residuo en un matraz llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (29-2) del ejemplo 29 con la excepción de la utilización de 848,3 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (30-1), 449,1 g de ácido acético y 488,6 g de anhídrido acético. Basándose en los resultados de los análisis de ¹H-RMN, ¹³C-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN, se encontró que el residuo era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 71,1% en peso.

40 Etapa (30-3): Alcoxilación de compuestos de dialquil estaño

Se obtuvieron 704,0 g de una solución que contenía el 65,8% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-didodeciloxi diestannoxano llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-6) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 600,3 g del líquido de reacción obtenido en la etapa (30-2) en lugar del líquido de reacción obtenido en la etapa (1-5) del ejemplo 1 y la utilización de 880 ml de una solución de hidróxido de potasio 0,1 mol/l y 2.635 g de 1-dodecanol.

Ejemplo comparativo 1

50 Calentamiento de la composición de formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 175 g de la composición de formas desactivadas obtenida en la etapa (16-2) del ejemplo 16 en un matraz de 500 ml en forma de pera en una atmósfera de nitrógeno a presión atmosférica. Se conectaron al matraz un condensador Dimroth y una válvula de tres vías, y la válvula de tres vías se conectó a un tubo que contenía gas nitrógeno que fluía a presión normal.

Se sumergió el matraz en un baño de aceite precalentado a 220°C y se calentó durante 90 horas. A continuación, se enfrió el matraz y se recuperaron 174,2 g de una solución en el matraz. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de ¹H-RMN y ¹¹⁹Sn-RMN sobre esta solución, se encontró que el pico correspondiente a 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(2-etilbutiloxi) diestannoxano había desaparecido y se observaron un pico correspondiente a tri-n-octil(2-etilbutiloxi) estaño y una pluralidad de picos dentro de un intervalo de -220 a -600 ppm

Ejemplo comparativo 2

Se colocaron 175 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en

la etapa (16-2) del ejemplo 16 en un matraz de 500 ml en forma de pera en una atmósfera de nitrógeno, seguido de la adición de 191,0 g de fenol (para la extracción de ácido nucleico, Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Japón) y la agitación durante 1 hora a 40°C. Se conectaron una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y, después de sustituir la parte interior del recipiente con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y el fenol en exceso y similares se separaron por destilación para obtener 189,9 g de un residuo en el matraz. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este residuo, se encontró que el residuo era una mezcla de tri-n-octil fenoxi estaño, di-n-octil difenoxi estaño y compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm según la $^{119}\text{Sn-RMN}$. El contenido de tri-n-octil fenoxi estaño en la mezcla fue del 25,2% en peso y el contenido de di-n-octil difenoxi estaño fue del 59,3% en peso.

Se colocaron 188,6 g de la mezcla en un recipiente de presión metálico de 200 ml en una atmósfera de nitrógeno. El recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 250°C y se calentó durante 6 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de reacción resistente a la presión hasta cerca de la temperatura ambiente, se recuperaron 187,5 g de un líquido de reacción. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre este líquido de reacción, se encontró que el contenido de tri-n-octil fenoxi estaño en el líquido de reacción fue del 36,4% en peso y el contenido de di-n-octil difenoxi estaño fue del 41,1% en peso.

Ejemplo comparativo 3

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

Se obtuvieron 66,5 g de un destilado en forma de tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (11-1) del ejemplo 11 utilizando 300 g de una composición de formas desactivadas obtenida utilizando el mismo procedimiento que en la etapa (7-2) del ejemplo 7. El residuo en el matraz contenía el 77,1% en peso de 1,1,3,3-tetra-n-octil-1,3-bis(3-metilbutiloxi) diestannoxano y, según la $^{119}\text{Sn-RMN}$, 232,5 g de una mezcla de compuestos orgánicos de estaño que contenían átomos de estaño que mostraban una pluralidad de desplazamientos químicos que se encontraban de -240 a -605 ppm.

Etapa (III-2): Reacción de intercambio de sustituyentes de tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño

Se colocaron 65,3 g del tri-n-octil(3-metilbutiloxi) estaño obtenido en la etapa (III-1) en un matraz de 300 ml en forma de pera, seguido de la adición de 61,1 g de anhídrido acético y agitación durante 1 hora a 25°C. Se conectaron al matraz una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y, después de sustituir el interior del recipiente con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el acetato de isoamilo y el anhídrido acético en exceso para obtener 65,3 g de un residuo en el matraz. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre el residuo, se encontró que el residuo era tri-n-octil acetoxi estaño, y el contenido de tri-n-octil acetoxi estaño fue del 99% en peso.

Etapa (III-3): Tratamiento térmico de tri-n-octil acetoxi estaño

Se recuperaron 62,4 g de un producto de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 63,3 g de tri-n-octil acetoxi estaño obtenido en la etapa (III-2) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre el líquido de reacción, se encontró que el producto de reacción contenía el 98% en peso de tri-n-octil acetoxi estaño.

Ejemplo comparativo 4

Etapa (IV-1): Reacción de intercambio de sustituyentes de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño

Se colocaron 232,1 g del residuo en el matraz obtenido en la etapa (III-1) del ejemplo comparativo 3 en un recipiente de presión metálico de 500 ml, seguido de la adición de 187,6 g de anhídrido acético y agitación. El recipiente de presión metálico se sumergió en un baño de aceite calentado a 200°C y se calentó durante 3 horas. Después de dejar enfriar el recipiente de presión metálico hasta cerca de la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), el contenido se transfirió a un matraz en forma de pera de 500 ml. Se conectaron una cabeza de fraccionamiento equipada con un condensador de reflujo conectado a un colector de destilado y un termómetro y, después de sustituir la parte interior del recipiente con nitrógeno en vacío, el matraz se sumergió en un baño de aceite calentado a 50°C. La presión en el interior del recipiente se redujo gradualmente y se separaron por destilación el anhídrido acético en exceso y similares para obtener 248,2 g de un residuo en el matraz. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ sobre el residuo, se encontró que el residuo era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño y n-octil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 77,8% en peso, mientras que el contenido de n-octil triacetoxi estaño fue del 22,1% en peso.

Etapa (IV-2): Tratamiento térmico de las formas desactivadas del catalizador de dialquil estaño con sustituyentes intercambiados

5 Se recuperaron 244,8 g de un producto de reacción llevando a cabo el mismo procedimiento que en la etapa (1-5) del ejemplo 1 con la excepción de la utilización de 245,4 g de la mezcla obtenida en la etapa (IV-1) en lugar de la mezcla obtenida en la etapa (1-4) del ejemplo 1. Cuando se llevaron a cabo las mediciones de $^1\text{H-RMN}$ y $^{119}\text{Sn-RMN}$ en el líquido de reacción, se encontró que el líquido de reacción era una mezcla que contenía di-n-octil diacetoxi estaño y n-octil triacetoxi estaño, y el contenido de di-n-octil diacetoxi estaño en la mezcla fue del 77,7% en peso, mientras que el contenido de n-octil triacetoxi estaño fue del 22,1% en peso.

10 Aplicabilidad industrial

15 Dado que el procedimiento de producción del compuesto de dialquil estaño de la presente invención se puede utilizar en sectores, tales como la producción de ésteres de ácido carbónico y reacciones de intercambio de éster, y permite la producción y la reutilización de compuestos de dialquil estaño y catalizadores de dialquil estaño útiles como catalizadores a partir de composiciones de formas desactivadas de catalizadores de dialquil estaño para los que no había más elección que su desecho en el pasado, el procedimiento de producción, tal como se reivindica en la presente invención, es extremadamente útil industrialmente y tiene un alto valor comercial.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir un compuesto de dialquil estaño, que comprende:

someter una composición de una forma desactivada de un catalizador de dialquil estaño, que se forma cuando se produce un compuesto de éster utilizando el catalizador de dialquil estaño, a una reacción de redistribución de grupos alquilo y/o una reacción de desalquilación;

en el que la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño es una forma desactivada por calor del catalizador de dialquil estaño que procede del catalizador de dialquil estaño en el que el número de grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño difiere del número de grupos alquilo unidos a un solo átomo de estaño del catalizador de dialquil estaño;

en el que el catalizador de dialquil estaño es, como mínimo, un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un compuesto de dialquil estaño representado por la fórmula (1) y un compuesto de tetraalquil diestannoxano representado por la fórmula (2):



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

cada uno de X^1 y X^2 representa, de manera independiente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno,

a y b representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2 y $a + b = 2$, y

c y d representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2 y $c + d = 2$);



(en la que cada uno de R^3 , R^4 , R^5 y R^6 representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono,

cada uno de X^3 y X^4 representa, de manera independiente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno, y

e, f, g y h representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2, $e + f = 2$ y $g + h = 2$) y, de manera preferente,

en el que en las fórmulas (1) y (2), el número de átomos de carbono que constituyen X^1 , X^2 , X^3 y X^4 es un número seleccionado entre un número entero de 0 a 12,

en el que el compuesto de éster es, como mínimo, un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende éster de ácido carbónico, éster de ácido carbamínico e isocianato; en el que:

(i) en un caso en el que, como mínimo, un sustituyente entre grupos unidos a átomos de estaño de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño distinto de los grupos alquilo que proceden del catalizador de dialquil estaño es un grupo aciloxilo o un átomo de halógeno,

la reacción de redistribución de grupos alquilo es una reacción de redistribución de grupos alquilo, en la que un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y (en el que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, en el que HY se selecciona entre haluro de hidrógeno, ácido halogenhídrico, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido fosfórico, ácido carbónico, ácido carboxílico, ácido sulfónico, ácido sulfínico y fenol) se trata térmicamente; o

(ii) en un caso en el que, como mínimo, un sustituyente entre grupos unidos a átomos de estaño de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño distinto de los grupos alquilo que proceden del catalizador de dialquil estaño es un grupo alcoxi,

la reacción de redistribución de grupos alquilo comprende las etapas de:

(A) obtener un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y mediante la sustitución de la totalidad o una parte de los ligandos de la forma desactivada (excluyendo un grupo alquilo que procede del catalizador de dialquil estaño y unido a estaño) por un sustituyente Y; y

(B) tratar térmicamente el compuesto orgánico que tiene un enlace Sn-Y y obtenido en la etapa (A) (en el que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, en el que HY se selecciona entre haluro de hidrógeno, ácido halogenhídrico, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido fosfórico, ácido carbónico,

ácido carboxílico, ácido sulfónico, ácido sulfinico y fenol); o

(iii) la reacción de desalquilación comprende formar un enlace Sn-Y mediante la eliminación de un grupo alquilo de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño (en el que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, en el que HY se selecciona entre haluro de hidrógeno, ácido halogenhídrico, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido fosfórico, ácido carbónico, ácido carboxílico, ácido sulfónico, ácido sulfinico y fenol), y

en el que el compuesto de dialquil estaño tiene dos grupos alquilo que proceden del catalizador de dialquil estaño y está unido a un solo átomo de estaño, teniendo simultáneamente, como mínimo, un enlace Sn-Y (en el que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, en el que HY se selecciona entre haluro de hidrógeno, ácido halogenhídrico, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido fosfórico, ácido carbónico, ácido carboxílico, ácido sulfónico, ácido sulfinico y fenol).

2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño es una composición que contiene una forma desactivada del catalizador de dialquil estaño generado durante una etapa de producción de un éster de ácido carbónico a partir de dióxido de carbono y el catalizador de dialquil estaño.

3. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en el que, como mínimo, un tipo de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño es un compuesto de trialquil estaño.

4. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño es un compuesto de trialquil estaño y un compuesto orgánico de estaño que contiene un átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico que se encuentra de -220 a -610 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se analiza mediante ^{119}Sn -RMN en una solución de cloroformo pesado, y, de manera preferente, el procedimiento comprende, además, separar la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño en una composición que contiene el compuesto de trialquil estaño y una composición que contiene el compuesto que contiene un átomo de estaño que muestra un desplazamiento químico que se encuentra de -220 a -610 ppm basándose en tetrametil estaño cuando se analizan mediante ^{119}Sn -RMN en una solución de cloroformo pesado, y, de manera más preferente,

la etapa de separación se lleva a cabo, como mínimo, mediante un procedimiento seleccionado entre el grupo que comprende separación por destilación, separación por extracción y separación por membrana.

5. Procedimiento, según la reivindicación 1 (ii), en el que la etapa (A) comprende producir un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y, en el que tres grupos alquilo y un solo grupo Y que procede de un ácido y/o un anhídrido de ácido están unidos a un solo átomo de estaño, y un compuesto orgánico de estaño que tiene un enlace Sn-Y, en el que un solo grupo alquilo y un número de grupos Y que proceden de un ácido y/o un anhídrido de ácido, seleccionándose el número de grupos Y entre un número entero de 1 a 3, están unidos a un solo átomo de estaño, mediante la reacción de la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño con el ácido representado por la siguiente fórmula (3) y/o el anhídrido de ácido representado por la siguiente fórmula (4):



(en la que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8)



(en la que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, y O representa un átomo de oxígeno) y, de manera preferente,

en el que la etapa (A) se lleva a cabo mientras se extrae el agua generada durante la utilización de ácido en la etapa (A) mediante, como mínimo, un procedimiento seleccionado entre el grupo que comprende la extracción con un agente deshidratante, la separación por destilación y la separación por membrana.

6. Procedimiento, según la reivindicación 3 o la reivindicación 4, en el que la reacción de desalquilación forma un solo enlace Sn-Y mediante la eliminación de un solo grupo alquilo del compuesto de trialquil estaño contenido en la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño para obtener un compuesto de dialquil estaño que tiene un enlace Sn-Y (en el que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8).

7. Procedimiento, según la reivindicación 6, en el que la etapa de formación del enlace Sn-Y comprende hacer reaccionar el compuesto de trialquil estaño contenido en la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño con un ácido representado por la fórmula (5) y/o un anhídrido de ácido representado por la fórmula (6):



(en la que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un

átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8);

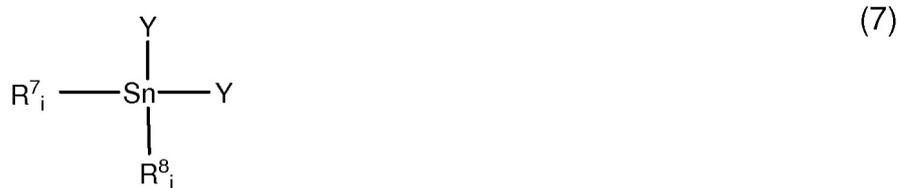


5 (en la que Y representa Y, en el que el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, y O representa un átomo de oxígeno).

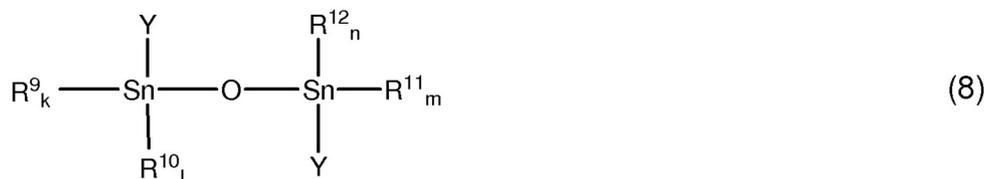
8. Procedimiento, según la reivindicación 5 o la reivindicación 6, en el que el ácido y/o el anhídrido de ácido es un líquido o gas a 60°C, y, de manera preferente, es un ácido halogenhídrico, un haluro de hidrógeno, un ácido orgánico o un anhídrido de ácido con un punto de ebullición estándar de 300°C o inferior.

9. Procedimiento, según la reivindicación 8, en el que el ácido y/o el anhídrido de ácido es un ácido carboxílico, anhídrido acético o anhídrido maleico.

15 10. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el compuesto de dialquil estaño es, como mínimo, un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende un compuesto de dialquil estaño representado por la fórmula (7) y un compuesto de tetraalquil diestannoxano representado por la fórmula (8):



20 (en la que R⁷ y R⁸ representan un grupo que procede del catalizador de dialquil estaño, y, de manera independiente, representan un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, Y representa un grupo que procede del catalizador de dialquil estaño o un grupo que procede del ácido (HY) y/o del anhídrido de ácido (YOY), el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, e i y j representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2, e i + j = 2);



30 (en la que R⁹, R¹⁰, R¹¹ y R¹² representan un grupo que procede del catalizador de dialquil estaño, y, de manera independiente, representan un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, Y representa un grupo que procede del catalizador de dialquil estaño o un grupo que procede del ácido (HY) y/o del anhídrido de ácido (YOY), el pKa de un ácido conjugado de Y en forma de HY, en el que se ha añadido un átomo de hidrógeno a Y, es de 0 a 6,8, y k, l, m y n, respectivamente, representan un número entero de 0 a 2, k + l = 2 y m + n = 2).

11. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1(ii), 1(iii), o 5 a 9, que comprende, además, después de la etapa (B), una etapa (I) de sustituir el sustituyente Y del compuesto de dialquil estaño que tiene un enlace Sn-Y, como mínimo, con un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno.

12. Procedimiento, según la reivindicación 11, en el que la etapa (I) comprende:
 una etapa (I-1) de obtención una composición que contiene un óxido de dialquil estaño mediante la hidrólisis del compuesto de dialquil estaño que tiene un enlace Sn-Y mediante la adición de una solución acuosa alcalina; y
 una etapa (I-2) de reacción de la composición que contiene el óxido de dialquil estaño, obtenida en la etapa (I-1), como mínimo, con un tipo de compuesto seleccionado entre el grupo que comprende alcohol, ácido carboxílico y haluro de hidrógeno, seguido de la extracción de un componente que contiene el agua generada del líquido de reacción, y, de manera preferente, en el que la solución acuosa alcalina es, como mínimo, un tipo de solución acuosa alcalina seleccionada entre el grupo que comprende una solución acuosa de hidróxido de sodio, una solución acuosa de hidróxido de potasio, una solución acuosa de carbonato de potasio y una solución acuosa de carbonato de sodio.

13. Procedimiento, según la reivindicación 12, en el que la etapa (I-2) es una etapa en la que el compuesto reaccionado con la composición que contiene el óxido de dialquil estaño es alcohol y se obtiene un compuesto de

alcóxido de dialquil estaño.

14. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el éster es un éster de ácido carbónico y la etapa para producir un éster de ácido carbónico comprende:

- 5 una etapa (1) de obtención de un líquido de reacción que contiene el éster de ácido carbónico mediante la reacción de dióxido de carbono y el catalizador de dialquil estaño;
 una etapa (2) de obtención de un residuo líquido mediante la separación del éster de ácido carbónico del líquido de reacción;
 una etapa (3) de regeneración del catalizador de dialquil estaño mediante la reacción del residuo líquido y el alcohol,
 10 y la extracción del agua generada fuera del sistema; y
 una etapa (4) de reciclaje del catalizador de dialquil estaño obtenido en la etapa (3) a la etapa (1).

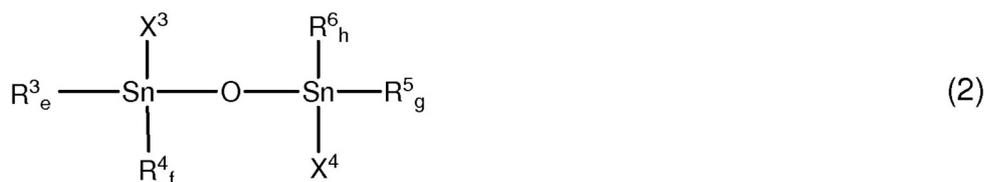
15 15. Procedimiento, según la reivindicación 14, en el que la etapa de regeneración del catalizador de dialquil estaño de la composición de la forma desactivada del catalizador de dialquil estaño generado durante la etapa para producir el éster de ácido carbónico mediante la reacción de redistribución de grupos alquilo y/o la reacción de desalquilación se llevan a cabo después de la etapa (2) y/o la etapa (3), y el catalizador de dialquil estaño regenerado se recicla y se vuelve a utilizar como el catalizador de dialquil estaño de la etapa (4) y/o la etapa (1), y, de manera preferente, en el que la etapa de regeneración del catalizador de dialquil estaño es una etapa que utiliza las etapas, según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, y en la que el sustituyente Y representa un grupo aciloxilo.

16. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1, 14 y 15, en el que el catalizador de dialquil estaño es un compuesto de alcóxido de dialquil estaño.

17. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 14 a 16, en el que el catalizador de dialquil estaño es un compuesto de alcóxido de dialquil estaño, y X^1 , X^2 , X^3 y X^4 de un compuesto representado por la fórmula (1) y/o la fórmula (2) representan grupos alcoxi:



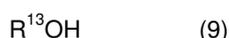
- 30 (en la que cada uno de R^1 y R^2 representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, cada uno de X^1 y X^2 representa, de manera independiente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno, a y b representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2 y $a + b = 2$, y
 35 c y d representan, de manera independiente, un número entero de 0 a 2 y $c + d = 2$);



- 40 (en la que cada uno de R^3 , R^4 , R^5 y R^6 representa, de manera independiente, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, cada uno de X^3 y X^4 representa, de manera independiente, como mínimo, un tipo de sustituyente seleccionado entre el grupo que comprende un grupo alcoxi, un grupo aciloxilo y un átomo de halógeno, e, f, g y h representan, respectivamente, un número entero de 0 a 2, $e + f = 2$ y $g + h = 2$).

- 45 18. Procedimiento, según la reivindicación 17, en el que el catalizador de dialquil estaño es un alcóxido de dialquil estaño, y R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 y R^6 del compuesto representado por la fórmula (1) y/o la fórmula (2) representan simultáneamente un grupo n-butilo o un grupo n-octilo.

- 50 19. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 14 a 18, en el que el alcohol es un alcohol representado por la siguiente fórmula (9):



(en la que R^{13} representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 4 a 8 átomos de carbono).

FIG.1

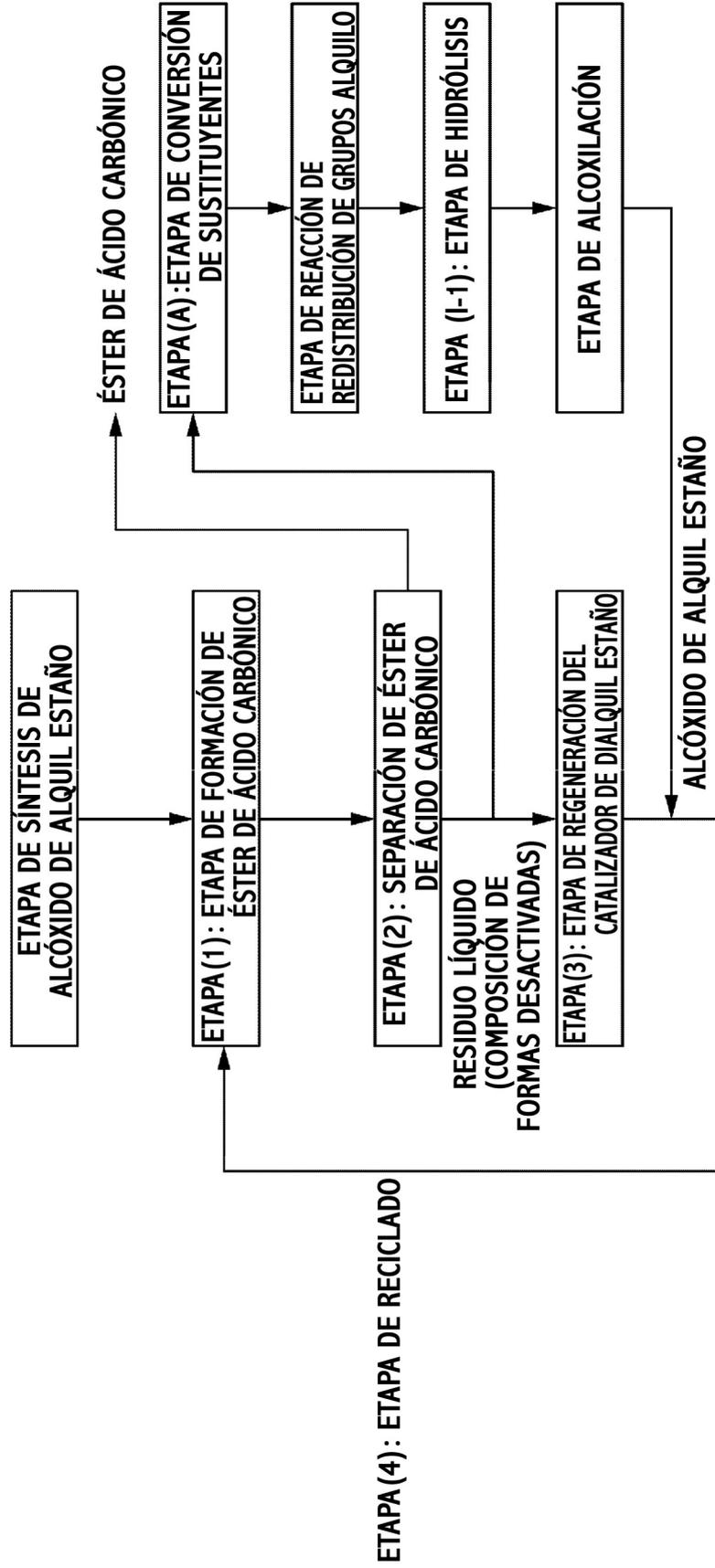


FIG. 3

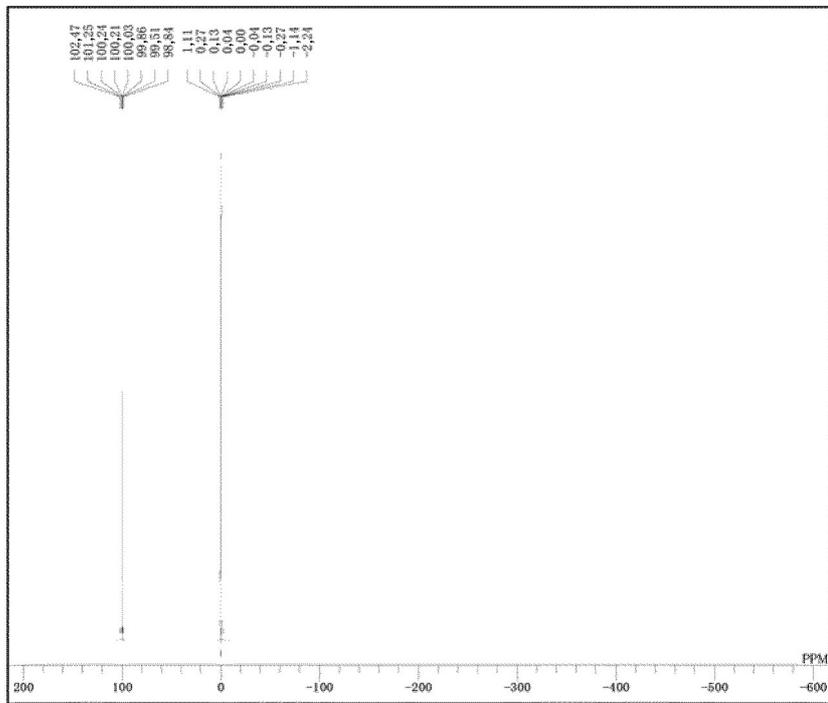


FIG.4

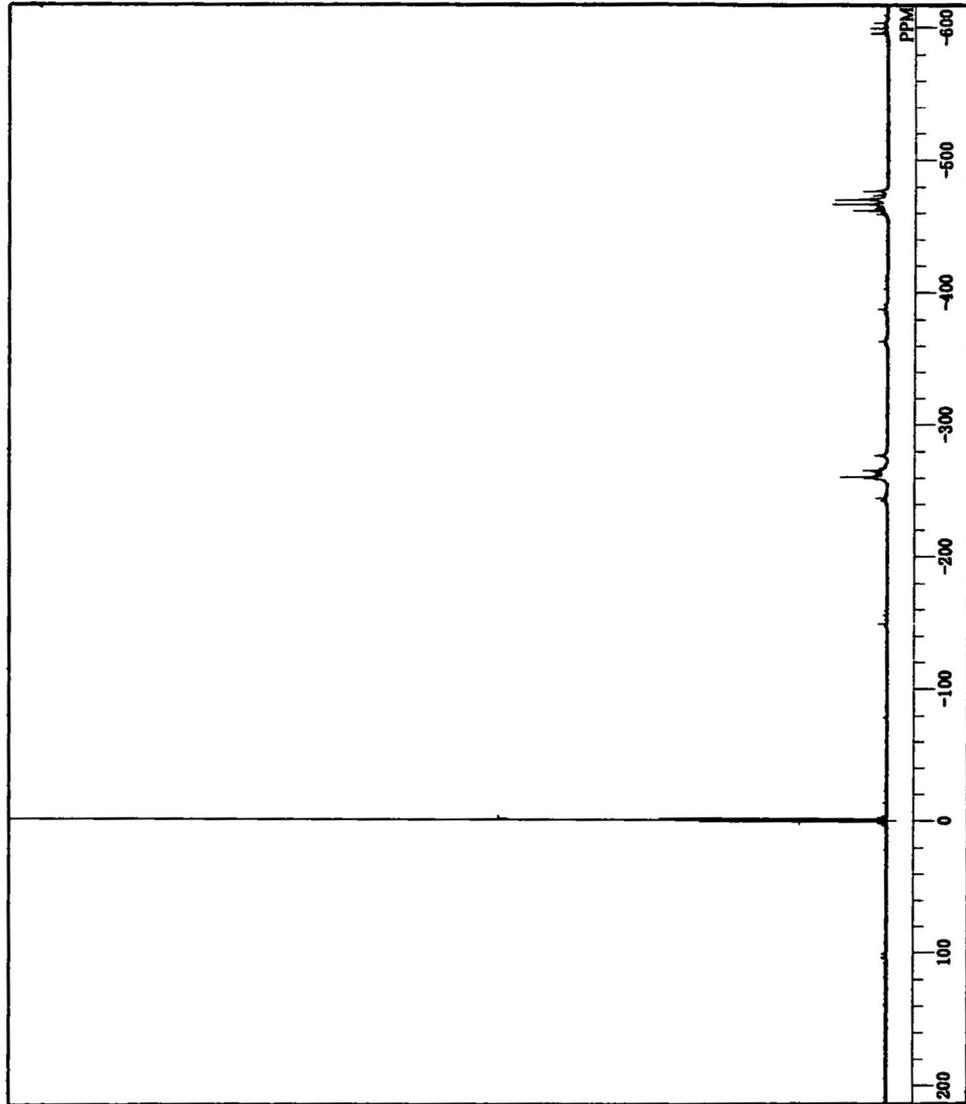
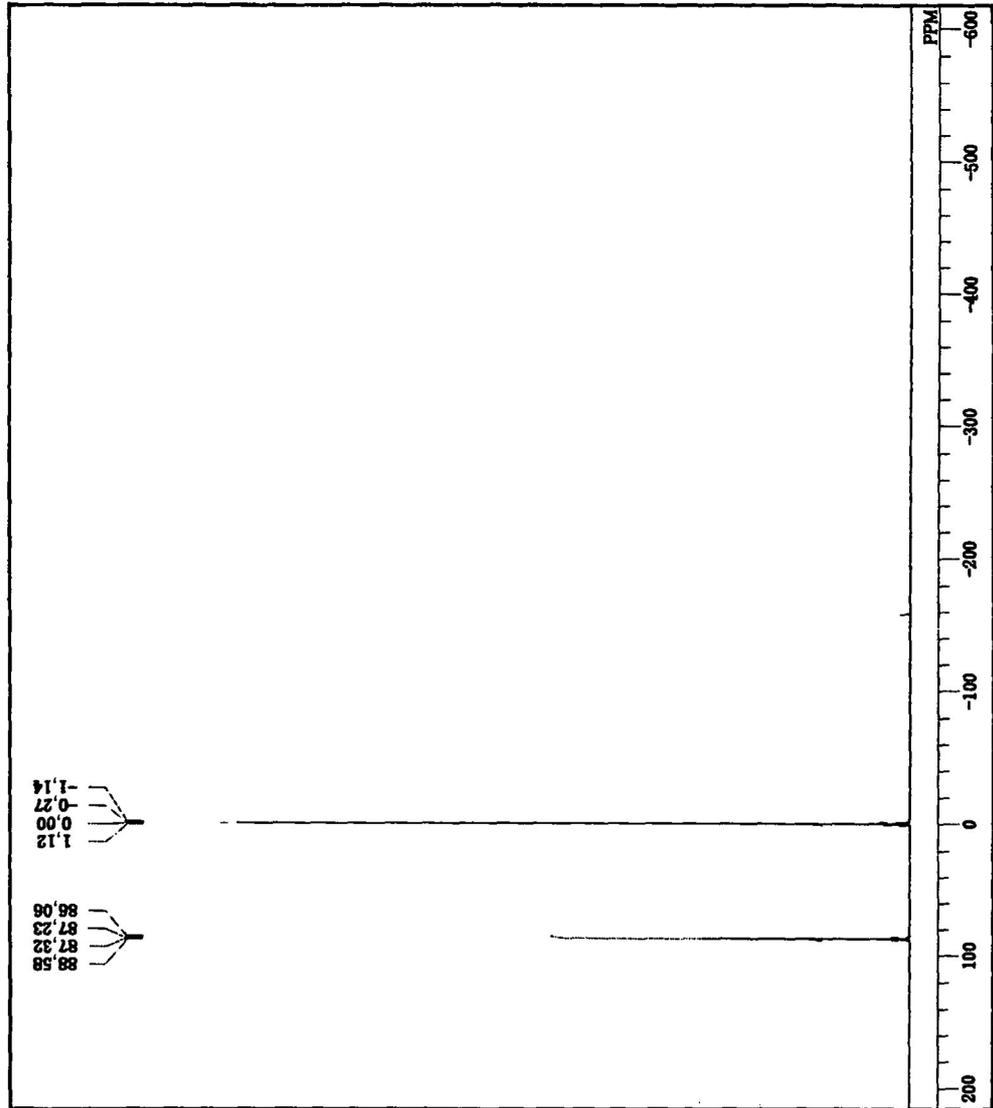


FIG.5



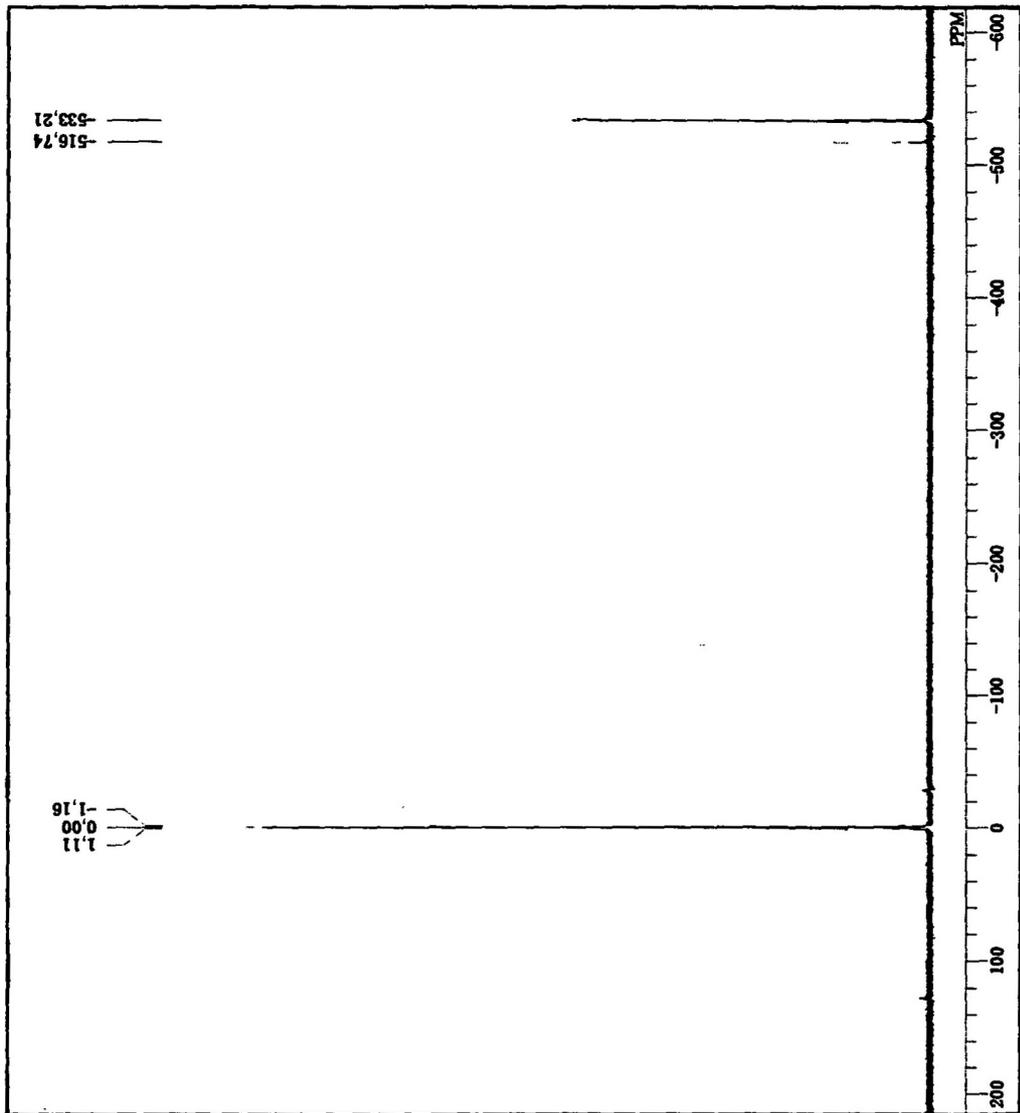


FIG.6

FIG.7

