

P.- 34.819

M & T Case 621



338558

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años

a nombre de M & T CHEMICALS

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en Rahway, Nueva Jersey, Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR HIDROXIDO DE TRICICLOHEXILESTAÑO"

13.5.67



Este invento se refiere a un nuevo procedimiento para la preparación de compuestos de órgano-estaño. Más particularmente, se refiere a un procedimiento caracterizado por la facilidad de trabajo y por altos rendimientos de producto puro.

Intentos anteriores para producir ciertos compuestos de órgano-estaño, ilustrados por el hidróxido de triciclohexil estaño, incluyen aquellos en que, como primera etapa, un compuesto de Grignard ciclohexílico RMgX , (ilustrado por cloruro o bromuro de ciclohexil magnesio) puede reaccionar con tetrahalogenuro de estaño SnX_4 (ilustrado por tetracloruro de estaño), para producir R_3SnX , por ejemplo cloruro de triciclohexil-estaño. Esta reacción puede ser conducida comúnmente en presencia de ciertos aditivos, diluyentes o disolventes, ilustrados por tetrahidrofurano. La recuperación de este producto intermedio R_3SnX en forma pura ha requerido comúnmente una destilación a temperatura moderadamente alta, para eliminar el tetrahidrofurano adicional, y para permitir la recuperación de este costoso material en cantidades económicas antes de ulterior reacción para preparar el hidróxido. Típicamente, esto ha necesitado la utilización de un costoso equipo de destilación con el subsiguiente deterioro del producto intermedio R_3SnX a la elevada temperatura de trabajo. Operaciones subsiguientes incluyen la transferencia de producto fundido a una operación de cristalización, en la cual éste puede ser disuelto por ejemplo en un disolvente apropiado, típicamente alcohol isopropílico, desde el cual puede ser recristalizado por enfriamiento.

Tal como es evidente para los técnicos en la ma-



5 teria, procedimientos de este tipo pueden estar caracte-
rizados de manera indeseable por equipos especiales y por
la necesidad de manipulaciones especiales. El equipo de
destilación requerido puede ser de mantenimiento costoso
y las operaciones de destilación pueden requerir extensos
periodos de tiempo. Problemas adicionales en cuanto a la
manipulación de los materiales han impedido la producción
económica de compuestos tales como hidróxido de triciclohe-
xil estaño con rendimientos razonables, mediante procedimien-
10 tos de la técnica anterior.

15 Es un objwto de este invento crear un nuevo pro-
cedimiento para la preparación de compuestos de órgano-es-
taño. Es otro objeto de este invento crear un procedimien-
to para preparar hidróxido de triciclohexil estaño, parti-
cularmente caracterizado por la facilidad de trabajo y -
por la ausencia de destilación. Otros objetos pueden re-
sultar evidentes para los técnicos en la materia por lec-
tura de la siguientes descripción.

20 De acuerdo con ciertos aspectos suyos el nuevo
procedimiento de este invento para preparar hidróxido de
triciclohexilestaño $(C_6H_{11})_3SnOH$ puede comprender mante-
ner una mezcla de reacción, que contiene halogenuro de ci-
clohexilmagnesio $(C_6H_{11})MgX$ y un tetrahalogenuro de estaño
25 SnX_4 , en la relación molar de 3:1, en que X es un haloge-
nuro activo seleccionado del grupo que consiste en cloruro
y bromuro; mantener en dicha mezcla de reacción un disol-
vente hidrocarbonado y un compuesto disolvente-diluyente
seleccionado del grupo que consiste en un éter alifático,
tetrahidrofurano, tetrahidropirano, 2-metil-tetrahidrofura-
30 no, 2-etoxi-tetrahidropirano, tetrahidrofurfuril etil éter,
dihidropirano, y N-metil morfolina; mantener dicha mezcla



de reacción durante tiempo suficiente para formar haloge-
nuro de triciclohexil estaño $(C_6H_{11})_3SnX$; mezclar dicha
mezcla de reacción con un medio acuoso para hidrolizar de
esta manera dicha mezcla de reacción; separar de dicha -
5 mezcla de reacción hidrolizada una capa orgánica que con-
tiene dicho disolvente-hidrocarbonado, dicho disolvente-
diluyente y dicho halogenuro de triciclohexil-estaño - -
 $(C_6H_{11})_3SnX$; tratar con material cáustico dicha capa or-
gánica para formar de esta manera una solución orgánica
10 de hidróxido de triciclohexil-estaño; separar dicha solu-
ción orgánica; enfriar dicha solución orgánica separada
para precipitar de esta manera hidróxido de triciclohexil
estaño sustancialmente puro; y recuperar dicho hidróxido
de triciclohexil estaño.

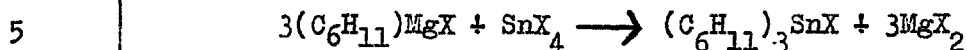
15 En la práctica del procedimiento de este inven-
to, el producto de hidróxido de triciclohexil-estaño -
 $(C_6H_{11})_3SnOH$, que se puede preparar con alto rendimiento
por práctica de este invento, pueda incluir productos en
que el grupo ciclohexilo, aquí designado por $C_6H_{11}-$, pue-
20 de estar sustituido de manera inerte.

Productos típicos ilustrativos que se pueden for-
mar por el procedimiento de este invento pueden incluir:
hidróxido de tri(2-metil ciclohexil)estaño; hidróxido de
tri(2-butil ciclohexil) estaño; hidróxido de tri(2-fenil
25 ciclohexil) estaño; hidróxido de tri(2,4,6-trimetilciclohe-
xil) estaño; hidróxido de tri(3,5-dimetil ciclohexil) es-
taño; hidróxido de tri(4-ter-butil ciclohexil) estaño; hi-
dróxido de tri(2-isopropil-5-metil ciclohexil) estaño; hi-
dróxido de tri(2,5-dimetil ciclohexil)estaño e hidróxido
30 de tri(3,4-dimetilciclohexil) estaño.

338558



En la primera etapa del procedimiento de este invento, se puede hacer reaccionar tetrahalogenuro de estaño, SnX_4 con un compuesto de Grignard ciclohexílico - $(\text{C}_6\text{H}_{11})\text{MgX}$, de acuerdo con la siguiente reacción:

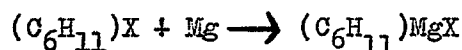


El tetrahalogenuro de estaño que se puede utilizar en la práctica de este invento puede ser SnX_4 , en que X puede ser un halogenuro activo seleccionado del grupo que consiste en cloruro y bromuro. Preferiblemente, SnX_4 puede ser tetracloruro de estaño, SnCl_4 .

10

El reactivo de Grignard que se puede utilizar en la práctica de este invento, preferiblemente cloruro de ciclohexilmagnesio (e incluyendo reactivos de Grignard que contienen radicales ciclohexilo inertemente sustituidos tal como se indica anteriormente), puede ser preparado por la reacción de un halogenuro de ciclohexilo con magnesio, de acuerdo con la siguiente reacción:

15



Esta reacción se puede realizar preferiblemente bajo una atmósfera inerte, por ejemplo de gas nitrógeno, en presencia de un compuesto disolvente-diluyente, típicamente un éter alifático tal como dialcoholo inferior-éter, típicamente dietil éter, di-n-butil éter, etc. o un compuesto Q, tal como se describe seguidamente. Pueden estar presentes varios iniciadores para facilitar la formación del reactivo de Grignard.

20

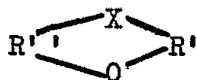
25

El compuesto Q, ya que se utiliza aquí esta expresión por razones de brevedad, puede incluir éteres cí-

30



elicos que contienen 5 a 6 miembros en el anillo con al menos un átomo de hidrógeno unido a cada átomo de carbono en el anillo, y que tienen la fórmula:



5 en que X es un grupo metileno o n-alcohilo; R'' es un radical hidrocarbonado alifático divalente saturado no sustituido; R' es un radical etileno, un radical hidrocarbonado divalente etilénicamente insaturado, un radical metileno, o = CHR''', (siendo R''' hidrógeno o un radical alifático); y O es oxígeno. Cuando X es n-alcohilo, el anillo contiene seis miembros, con X y O en la posición 1:4 uno con respecto del otro.

15 Compuestos típicos pueden incluir tetrahydrofurano, tetrahydropirano, 2-metil tetrahydrofurano, 2-etoxi tetrahydropirano, tetrahydrofurfuril etil éter, dihidropirano, y N-metil morfolina. El compuesto Q puede llevar grupos sustituyentes inertes, es decir grupos que no son reactivos con halogenuros de órgano magnesio, o con cualquiera de los productos componentes de las mezclas de -

20 reacción del presente procedimiento. Sustituyentes inertes ilustrativos pueden incluir grupos alcohilo, arilo, alcoxi y ariloxi sustituidos y no sustituidos (incluyendo los que llevan sustituyentes que no son reactivos con relación a otros componentes de la mezcla de reacción, tal como se especifica aquí).

25 Cuando el nitrógeno reemplaza a un átomo de carbono en el anillo en X, el átomo de nitrógeno debe estar sustituido con un grupo, tal como un grupo alcohilo, que no sea reactivo con los reaccionantes o productos de reacción.

338558



Es una característica del compuesto Q el hecho de que el oxígeno está disponible para donación de electrones, es decir los electrones "pi" libres presentes en el oxígeno están disponibles para formar enlaces de coordinación con el reactivo Grignard. Cualquier grupo de bloqueo grande en los átomos de carbono adyacentes al oxígeno del anillo pueden perjudicar la disponibilidad de estos electrones y la reactividad del compuesto para formar un complejo y ayudar en la reacción. Además de los compuestos antes enumerados como apropiados para el compuesto Q, otros compuestos equivalentes, que satisfagan las exigencias para este agente formador de complejo y disolvente, resultarán evidentes para los técnicos en la materia a partir de la presente memoria. Ya que el compuesto Q puede actuar también como disolvente, se puede utilizar en la práctica de este invento un compuesto Q que tenga un alto punto de fusión, pero si este se utiliza como disolvente, el alto punto de fusión (por ejemplo por encima de 90°C) puede causar dificultades en la realización de la reacción.

El reactivo de Grignard, formado por el procedimiento de por ejemplo la ecuación II anterior, puede estar preferiblemente en la forma de una solución de su complejo con el éter o el compuesto Q, por ejemplo en forma de una solución de $(C_6H_{11})MgX.Q$ en Q. Por razones de conveniencia, las ecuaciones se pueden escribir sin hacer referencia al éter o compuesto Q que puede estar presente.

En la práctica del procedimiento de este invento, la reacción entre el tetrahalogenuro de estaño SnX_4 y el reactivo de Grignard, por ejemplo $(C_6H_{11})MgX$, se -



5 puede realizar en un recipiente de reacción apropiado. Preferiblemente, el SnX_4 , en la cantidad de 975 partes - (3,75 moles), puede ser añadido junto con un disolvente hidrocarbonado apropiado, típicamente un hidrocarburo que -
10 tiene un punto de ebullición de 30°C a 150°C , por ejemplo aproximadamente 137°C , incluyendo por ejemplo tolueno, heptano, ciclohexano, etc. El hidrocarburo puede estar presente en la cantidad de 1000 a 2000 partes, por ejemplo - 1460 partes. El hidrocarburo preferido puede ser xileno, que puede ser añadido en la cantidad de 10 a 20 moles, por ejemplo 15 moles, por mol de SnX_4 que ha de ser consumido durante la reacción. En la realización preferida del procedimiento del invento, el tetrahalogenuro de estaño SnX_4 y el disolvente hidrocarbonado pueden ser añadidos al recipiente de reacción en la forma de una solución de tetrahalogenuro de estaño en el disolvente hidrocarbonado.

15 A la mezcla de reacción, preferiblemente bien agitada, que contiene SnX_4 , se pueden añadir lentamente 4530-5210 partes, por ejemplo 4870 partes (11,25 moles), del reactivo de Grignard $(\text{C}_6\text{H}_{11})\text{MgX}$, incluyendo 3035-3491 partes, por ejemplo 3263 partes de compuesto Q. Típicamente, el $(\text{C}_6\text{H}_{11})\text{MgX}$ puede ser añadido a la mezcla de reacción en un espacio de 60-210 minutos, por ejemplo 120 minutos. Preferiblemente, la mezcla de reacción exotérmica puede ser
25 mantenida a $25-105^\circ\text{C}$, más preferiblemente menor de 90°C , por ejemplo a 80°C . Si se desea, la reacción se puede llevar a cabo a $30-40^\circ\text{C}$. Durante la reacción, se puede formar el producto $(\text{C}_6\text{H}_{11})_3\text{SnX}$ junto con un precipitado de MgX_2 de acuerdo con la ecuación (I) anterior.

30 La mezcla de reacción puede ser hidrolizada en-



tonces para liberar el producto $(C_6H_{11})_3SnX$. Típicamente, esto se puede realizar diluyendo la mezcla a 30-50°C, por ejemplo 40°C, con 2000-2500 partes, por ejemplo 2330 partes de agua, que contiene preferiblemente un electrolito, tal como ácido clorhídrico en la cantidad de 2 a 8 %, por ejemplo 5%, en peso.

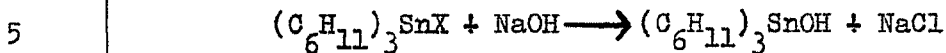
Se puede encontrar que la capa orgánica que se separa contiene: (a) disolvente hidrocarbonado, típicamente xileno; (b) disolvente-diluyente, típicamente tetrahydrofurano; (c) halogenuro de triciclohexil estaño; y (d) el subproducto tetraciclohexil estaño, junto con (e) el subproducto dihalogenuro de diciticlohexil estaño. Esta capa orgánica puede ser separada de la mezcla de reacción por ejemplo por decantación. La porción acuosa residual puede incluir cloruro de magnesio en solución esencialmente acuosa.

En la práctica del nuevo procedimiento de este invento, la capa de reacción orgánica separada puede ser preferiblemente tratada con material cáustico añadiéndole un agente alcalino fuerte, típicamente hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, etc. Preferiblemente, el tratamiento con material cáustico se puede realizar añadiendo agente alcalino en solución acuosa al 5-100%, por ejemplo al 50%, añadida en la cantidad de 0,2-0,4 partes, por ejemplo 0,28 partes, por cada parte de halogenuro de órgano-estaño en dicha capa orgánica.

El tratamiento con material cáustico se puede realizar manteniendo en contacto la solución cáustica y la capa orgánica separada preferiblemente durante 1 a 4 horas, por ejemplo 3 horas, y preferiblemente calentando hasta -



25°C-75°C, típicamente 60°C. Durante este periodo, el halogenuro de triciclohexilestafío, que puede estar presente, puede ser convertido en un hidróxido de triciclohexil estaño:



Si se desea, se puede añadir agua adicional a la mezcla de reacción tratada con material cáustico, en cantidad suficiente para disolver el producto salino, típicamente 2,8 a 5,6 partes, por ejemplo 2,8 partes de agua por cada parte de sal, que es típicamente cloruro de sodio. Si esto es así, la solución salina acuosa puede ser separada fácilmente.

10

El óxido de diciticlohexilestafío insoluble puede ser separado de la mezcla de reacción por ejemplo por filtración, para recuperar subproducto de óxido de diciticlohexil estaño.

15

La mezcla de reacción remanente, que contiene disolvente hidrocarbonado orgánico, compuesto disolvente-diluyente, e hidróxido de triciclohexil estaño, puede ser enfriada hasta -10°C a 25°C, típicamente hasta 0°C, para realizar la precipitación de cantidades sustancialmente estequiométricas de hidróxido de triciclohexil estaño. El tetraciclohexil estaño presente puede permanecer en solución en la mezcla de disolvente hidrocarbonado orgánico y disolvente-diluyente.

20

25

El hidróxido de triciclohexil estaño puede ser recuperado por ejemplo por filtración en la cantidad de 900-1100 partes, por ejemplo 970 partes, lo que representa un rendimiento de 62-76%, por ejemplo 67%, (basado en

30



el estaño). El producto crudo puede tener un punto de fusión de 221-223°C.

Típicamente, el análisis puede ser tal como se indica en la siguiente tabla:

| 5 | <u>Componente</u> | <u>Calculado %</u> | <u>Encontrado%</u> |
|---|-------------------|--------------------|--------------------|
| | estaño | 30,82% | 31,00% |
| | cloro | 0 | 0 |
| | Karl Fischer | 4,67 | 4,65 |

10 Es un aspecto particular del hidróxido de triciclohexil estaño preparado de acuerdo con el procedimiento de este invento el hecho de que es un material puro que no necesita ser tratado ulteriormente o recristalizado. Puede tener normalmente una pureza de aproximadamente 95% y comúnmente una pureza mayor de 98%. Puede ser utilizado sustancialmente para cualquier utilización deseada sin ulterior tratamiento ni purificación. El análisis de infrarrojos puede confirmar la pureza del producto.

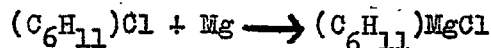
15 Se puede observar la práctica de este invento haciendo referencia al siguiente ejemplo ilustrativo de una realización preferida en que todas las partes son partes en peso, salvo que se especifique lo contrario.

20 Ejemplo 1.- En este ejemplo, que representa la práctica del invento, el reactivo Grignard de cloruro de ciclohexilmagnesio puede ser preparado cargando 545 partes de virutas de magnesio en un recipiente de reacción que puede ser barrido con gas nitrógeno. Se pueden añadir 621 partes de tetrahidrofurano junto con una mezcla iniciadora que contiene 57 partes de bromuro de ciclohexilo y 29,6 -
25 partes de cloruro de ciclohexilo. A la mezcla de reacción
30



20

se puede añadir lentamente una mezcla que contiene 2538 partes de cloruro de ciclohexilo y 5087 partes de tetrahidrofurano, con agitación. Durante la adición, se puede aplicar y mantener caldeo exterior hasta que la temperatura se eleve hasta aproximadamente 75°C. Después de esto, la reacción puede transcurrir exotérmicamente llegando la temperatura del reactor hasta un valor tan alto como 78°C en el curso de 300 minutos. Se puede retirar el caldeo exterior y puede continuar adicionalmente la reacción durante aproximadamente 60 minutos. Entonces, la mezcla de reacción que contiene 8085 partes de compuesto de Grignard puede ser enfriada hasta la temperatura ambiente:



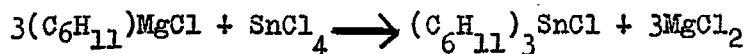
Se puede preparar una solución de carga que contiene 975 partes de tetracloruro de estaño y 460 partes de xileno; y se puede cargar 25% de esta mezcla (359 partes) en un recipiente de reacción, juntamente con 1000 partes de xileno adicional.

La solución remanente de tetracloruro de estaño (1076 partes) y 66% del reactivo Grignard de cloruro de ciclohexilmagnesio (3246 partes), puede ser añadida entonces al recipiente de reacción simultánea y separadamente, durante aproximadamente 150 minutos. Durante la adición, la temperatura puede subir hasta 80°C. El 34% restante del compuesto de Grignard (1624 partes) puede ser añadido entonces a la mezcla de reacción en un espacio de aproximadamente 90 minutos a aproximadamente 75-80°C.

Entonces, la mezcla de reacción puede ser mantenida entre 75 y 85°C, bajo suave reflujo, durante una hora



tiempo durante el cual puede tener lugar la siguiente re-
acción:



5 La mezcla de reacción puede enfriarse entonces
a 30°C-50°C y mezclarse luego con 2330 partes de agua, y
acidificarse entonces con 200 partes de ácido hidroclopri-
co al 18%. Pueden separarse una capa orgánica y una capa
acuosa. La capa acuosa inferior puede eliminarse. La ca-
10 pa orgánica, que contiene 1460 partes de xileno, 3490 par-
tes de tetrahidrofurano, y aproximadamente 1200 partes de
cloruro de triciclohexilestaño, así como menores cantida-
des de dicloruro de tetraciclohexilestaño y diciticlohexiles-
taño pueden caustificarse mezclando con 420 partes de una
15 disolución acuosa al 50% de hidróxido sódico. La reacción
puede realizarse a 60°C, durante tres horas, en cuyo tiem-
po puede producirse la siguiente reacción:



20 Al final de tres horas de reacción, se puede ob-
servar un precipitado de cloruro de sodio y óxido de dici-
clohexil estaño. Entonces se pueden añadir a la mezcla
de reacción 607 partes de agua, que pueden ser suficientes
para disolver el cloruro de sodio precipitado. La capa
25 orgánica superior, que contiene un precipitado de óxido -
de diciticlohexil estaño, puede ser decantada desde la solu-
ción acuosa inferior que contiene cloruro de sodio. La ca-
pa orgánica puede ser filtrada para producir subproducto
30 de óxido de diciticlohexil estaño.

338558



La solución orgánica remanente puede ser enfriada hasta 0°C - 10°C , para precipitar hidróxido de triciclohexil estaño. La filtración puede permitir lograr 970 - partes en peso de hidróxido de triciclohexil estaño (67,4% de rendimiento) con un punto de fusión de $221,5$ - 223°C (Los datos de la bibliografía son 220 - 222°C). El análisis de este producto puede indicar que es de una pureza de 99,7%. El contenido de estaño puede ser de 31,00%; el contenido de cloro puede ser de 0%; y Karl Fischer, 4,65%.

Aunque este invento se ha descrito haciendo referencia a ejemplos ilustrativos preferidos, resultará evidente para los técnicos en la materia que se pueden realizar diversos cambios y modificaciones en el mismo, que en entren dentro del alcance de este invento.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 29 de Marzo de - 1.966, bajo el núm. 538.219, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención, propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para preparar hidróxido de triciclohexilestaño $(\text{C}_6\text{H}_{11})_3\text{SnOH}$, que comprende mantener una mezcla de reacción que contiene halogenuro de ciclohexilmagnesio $(\text{C}_6\text{H}_{11})\text{MgX}$ y tetrahalogenuro de estaño SnX_4 en



la relación molar de 3:1, en que X es un halógeno activo seleccionado del grupo que consiste en cloruro y bromuro; mantener en dicha mezcla de reacción; (a) un disolvente hidrocarbonado y (b) un compuesto disolvente-diluyente seleccionado del grupo que consiste en un éter alifático, tetrahidrofurano, tetrahidropirano, 2-metil-tetrahidrofurano, 2-etoxi tetrahidropirano, tetrahidrofurfuril etil éter, dihidropirano, y N-metil-morfolina; mantener dicha mezcla de reacción durante tiempo suficiente para formar halogenuro de triciclohexil estaño $(C_6H_{11})_3SnX$; mezclar dicha mezcla de reacción y medio acuoso para hidrolizar de esta manera dicha mezcla de reacción; separar de dicha mezcla de reacción hidrolizada una capa orgánica que contiene disolvente hidrocarbonado, dicho disolvente-diluyente, y dicho halogenuro de triciclohexil estaño $(C_6H_{11})_3SnX$; tratar con material cáustico dicha capa orgánica, para formar de esta manera solución orgánica de hidróxido de triciclohexil estaño; separar dicha solución orgánica; enfriar dicha solución orgánica separada, para precipitar de esta manera hidróxido de triciclohexil estaño; y recuperar dicho hidróxido de triciclohexil estaño.

2.- Un procedimiento para preparar hidróxido de triciclohexilestaño según la reivindicación 1, en que X es cloruro.

3.- Un procedimiento para preparar hidróxido de triciclohexilestaño según la reivindicación 1, en que se mantiene dicha mezcla de reacción a 25-105°C durante dicha reacción.

4.- Un procedimiento para preparar hidróxido de triciclohexilestaño según la reivindicación 1, en que dicho disolvente hidrocarbonado es xileno.

338558



5.- Un procedimiento para preparar hidróxido de triciclohexilestano según la reivindicación 1, en que dicho compuesto disolvente-diluyente es tetrahidrofurano.

5 6.- Un procedimiento para preparar hidróxido de triciclohexilestano según la reivindicación 1, en que dicha solución orgánica es enfriada hasta -10°C a 25°C durante la precipitación de hidróxido de triciclohexil estaño.

10 7.- Un procedimiento para preparar hidróxido de triciclohexilestano, que comprende mantener una mezcla de reacción que contiene cloruro de ciclohexil magnesio y tetracloruro de estaño en la relación molar de 3:1; mantener dicha mezcla de reacción durante tiempo suficiente para formar cloruro de triciclohexil estaño; mezclar dicha
15 mezcla de reacción con medio acuoso, para hidrolizar de esta manera dicha mezcla de reacción; separar de dicha mezcla de reacción hidrolizada una capa orgánica que contiene xileno, tetrahidrofurano y cloruro de triciclohexil estaño; tratar con material cáustico dicha capa orgánica, para
20 formar de esta manera solución orgánica de hidróxido de triciclohexil estaño; separar dicha solución orgánica; enfriar dicha solución orgánica separada, para precipitar de esta manera hidróxido de triciclohexil-estaño; y recuperar dicho hidróxido de triciclohexil-estaño.

25 8.- Un procedimiento para preparar hidróxido de triciclohexilestano.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

338558



20 MAY

Esta Memoria consta de diecisiete hojas escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid,

20 MAY 1967

P.A.

Alberto de Echevarría
For. 10000

338558