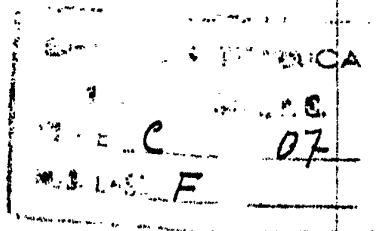


362933



P.-40.582

A-232-o/S JAB/
EvdW - Case USA
M & T Case 692

Memoria descriptiva



1.000.000

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de BILLITON - M & T CHEMISCHE INDUSTRIE N.V.

entidad / ~~de nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en 19 Louis Couperusplein, La Haya, Holanda,

por: "EL PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE DICARBOXILATO
DE DIOCTILESTAÑO"
(Clase Internacional CO7f)



Esta invención se refiere a un nuevo procedimiento para la preparación de compuestos de organoestaño. Más específicamente se refiere a un procedimiento nuevo para la preparación de estos compuestos que se caracteriza particularmente por la facilidad de obtención de los compuestos deseados en estado de alta pureza.

De acuerdo con algunos de sus aspectos, el procedimiento de esta invención para preparar dicarboxilato de dioctilestaño puede comprender la reacción de cantidades prácticamente estequiométricas de óxido de dioctilestaño y ácido dicarboxílico o anhídrido dicarboxílico en presencia de un disolvente hidrocarbonado alifático inerte como medio de reacción formándose así el dicarboxilato de dioctilestaño; el enfriamiento de dicho medio de reacción después de terminada dicha reacción, cristalizándose así dicho dicarboxilato de dioctilestaño; la recuperación de dicho dicarboxilato de dioctilestaño cristalizado como producto; y el mantenimiento de dicho disolvente hidrocarbonado alifático inerte en fase líquida durante dicha recuperación.

Los ácidos dicarboxílicos que pueden emplearse típicamente en la práctica de esta invención pueden incluir ácidos alquilen-dicarboxílicos tales como ácido adípico o ácido succínico, o ácidos alquenilen-dicarboxílicos, tales como ácido maléico. Puede emplearse el anhídrido de ácido correspondiente, por ejemplo, anhídrido succínico, anhídrido adípico, anhídrido maléico, etc.

El anhídrido maléico preferido que se puede emplear en la práctica de esta invención puede ser el que se encuentra en el comercio. Si se desea, puede emplearse



ácido maléico en lugar de y como equivalente del anhídrido maléico.

El óxido de dioctilestaño que se puede emplear en la práctica de esta invención puede ser óxido de di-n-octilestaño, u óxido de di-i-octilestaño, óxido de di-2-etilhexilestaño, etc. El reactivo preferido en la práctica del procedimiento de esta invención puede ser el óxido de di-n-octilestaño. Este óxido puede obtenerse típicamente con una pureza del 95% como mínimo, teniendo un contenido de agua inferior al 1%.

El disolvente hidrocarbonado alifático inerte que puede emplearse en la práctica de esta invención como medio de reacción que puede incluir aquellos que tienen 5-16 y preferiblemente 6-8, por ejemplo, 7 átomos de carbono en la molécula. Típicos de estos solventes alifáticos inertes de cadena recta o de cadena ramificada pueden ser alcanos entre los que se incluyen hexano, heptano, octano, nonano, decano, etc. Pueden emplearse también disolventes cicloalifáticos entre los que se incluyen ciclohexano, ciclohexeno, metilciclohexano, etilciclohexano, 1,2-dimetilciclohexano, etc. En la práctica de los aspectos preferidos de esta invención se pueden emplear disolventes hidrocarbonados alifáticos saturados de cadena recta. Preferiblemente, el disolvente hidrocarbonado alifático inerte puede ser uno que tenga un punto de ebullición de 65°C como mínimo (y preferiblemente superior al punto de fusión del anhídrido empleado) y menor de 150°C aproximadamente. El disolvente preferido puede ser uno que tenga un punto de ebullición de 80°C aproximadamente, preferiblemente de 100°C aproximadamente, y prefe-

7 FEB 1951



5 riblemente heptano. Se pueden emplear diversos isómeros
o mezclas de éstos como disolventes. Pueden emplearse
mezclas comercialmente obtenibles, tales como heptano
comercial (esto es, un heptano comercial que tiene un
10 punto de ebullición de 99°C , aproximadamente), y mezclas
isoparafínicas comerciales que tienen un intervalo de ebu-
llición de 126°C - 143°C (tales como el disolvente Iso-
par E). Puede emplearse también un disolvente hidrocar-
bonado alifático inerte que contenga pequeñas cantidades
15 de otros disolventes, pero para alcanzar las máximas ven-
tajas del procedimiento de esta invención, se prefiere
emplear un disolvente hidrocarbonado alifático inerte
sustancialmente puro, preferiblemente en forma anhidra.
Los disolventes aromáticos tales como benceno, tolueno,
20 etc., deben estar presentes preferiblemente, en todo ca-
so, en cantidades inferiores al 5%, y más preferiblemen-
te en cantidades inferiores a 1%.

En la realización del procedimiento de esta
invención de acuerdo con algunos de sus aspectos, pueden
25 introducirse en un recipiente de reacción 70 a 120 partes,
preferiblemente 100 partes, de un disolvente hidrocarbo-
nado alifático inerte, preferiblemente heptano. Pueden
añadirse luego al recipiente de reacción 27,2 - 27,8, y
preferiblemente 27,6; partes de anhídrido maléico (o can-
30 tidades equivalentes molares de otros ácidos o anhídridos
dicarboxílicos). La relación de disolvente a ácido o an-
hídrido dicarboxílico puede ser tal que permita la solu-
bilidad del producto de la reacción en el disolvente a
temperatura elevada y la cristalización a la temperatura
de cristalización de recuperación. La relación preferida



de disolvente a anhídrido maléico puede mantenerse entre 2,5:1 y 5:1, preferiblemente en 2,7:1 en peso, ya que este valor permite una perfecta solubilidad del producto en el disolvente a temperaturas elevadas y una máxima cristalización a las temperaturas de recuperación. Esto asegura el mantenimiento de la relación deseada de disolvente a aproducto, de 0,55:1 a 2:1, por ejemplo de 0,6:1.

La mezcla de reacción puede calentarse por encima del punto de fusión del ácido o anhídrido. Cuando se emplea el ácido, el sistema puede calentarse a reflujo para aliminar el agua formada. La mezcla de reacción puede calentarse preferiblemente por encima del punto de fusión del anhídrido -en el caso del anhídrido maléico a 60°C -70°C, preferiblemente 65°C, en cuyo punto puede llegar a fundirse el anhídrido maléico. Puede por este motivo proveerse agitación, preferiblemente cuando se alcanza el punto de fusión (60°C).

Una vez que el ácido dicarboxílico, por ejemplo, el anhídrido maléico, está practicamente fundido en su totalidad, puede añadirse el óxido de dioctilestaño en una cantidad de 100-115 partes, por ejemplo 100 partes, al recipiente de reacción.

La cantidad del óxido de dioctilestaño a emplear puede ser preferiblemente en forma sustancial equivalente estequiometricamente al ácido o anhídrido dicarboxílico, por ejemplo, en el caso del anhídrido maléico, de acuerdo con la reacción siguiente:



estaño, la mezcla de reacción puede mantenerse a temperaturas de reflujo, por debajo de 130°C aproximadamente, y preferiblemente a $70 - 130^{\circ}\text{C}$, por ejemplo a 85°C , durante 30 minutos a 90 minutos, típicamente durante 60 minutos, para la mezcla de reacción que contiene anhídrido maléico y óxido de di-n-octilestaño. Durante la reacción, la solución resultante puede ser muy turbia y de color ambarrino. Cuando se emplea ácido maléico, el subproducto agua puede eliminarse por destilación azeotrópica durante este período.

Al final de esta reacción se puede añadir preferiblemente a la mezcla de reacción un medio filtrante tal como tierra de diatomeas; y la mezcla puede agitarse durante 5 minutos a 15 minutos, preferiblemente durante 5 minutos, y enfriarse (dependiendo del disolvente) a una temperatura de $45^{\circ}\text{C} - 110^{\circ}\text{C}$, preferiblemente a $20^{\circ}\text{C} - 25^{\circ}\text{C}$ aproximadamente por encima del punto de cristalización. La mezcla así enfriada puede filtrarse entonces a esta temperatura a través de un filtro, por ejemplo, un filtro de presión, cuya temperatura puede controlarse preferiblemente durante la filtración de tal manera que sea aproximadamente $20^{\circ}\text{C} - 25^{\circ}\text{C}$ superior al punto de cristalización -típicamente de 60°C a 100°C .

El filtrado se puede emplear enfriándolo lentamente hasta alcanzar la temperatura ambiente durante 30 minutos a 120 minutos, preferiblemente durante 90 minutos, con agitación. Al final de este período, la temperatura de la mezcla de reacción puede ser 20°C a 30°C , por ejemplo 25°C . A medida que la temperatura de la mezcla de reacción pasa por la región de $35^{\circ}\text{C} - 65^{\circ}\text{C}$, puede producirse cristalización, pudiendo obtenerse una papilla



espesa que puede diluirse opcionalmente con diluyente. La papilla se puede enfriar entonces ulteriormente a 15°C a 25°C, preferiblemente a 20°C, y mantenerse a dicha temperatura durante 30 minutos-90 minutos, por ejemplo, 60 minutos, Después de la cristalización, se pueden añadir a la papilla 20-60 partes de disolvente adicional para obtener una consistencia más fluida. El enfriamiento de la mezcla de reacción permite, inesperadamente, la cristalización del producto de carboxilato de dioctilestaño en forma pura como una papilla de cristales finamente divididos, de forma de varilla (cuando se observan en un microscopio) que se puede recuperar por filtración o decantación, por ejemplo. Durante la recuperación del producto, el disolvente hidrocarbonado alifático inerte se mantiene en forma líquida y los cristales no se ven sometidos a las fuerzas deteriorantes o disgregadoras que estarían presentes indeseablemente a las mayores temperaturas características de, por ejemplo, la destilación. La formación de cristales individuales netos es deseable e importante para una filtración efectiva y rápida.

El producto cristalino puede separarse entonces, por ejemplo decantarse o preferiblemente centrifugarse, del disolvente para recuperar una torta de filtración cristalina sustancialmente pura, la cual puede lavarse con disolvente hidrocarbonado alifático inerte fresco, y secarse después por centrifugación. La torta puede romperse preferiblemente y secarse a 50 - 60°C, preferiblemente a 60°C.

El producto dicarboxilato de dioctilestaño puede obtenerse en forma de polvos cristalinos de color



comprendido entre el blanquecino y el crema con rendimien-
tos normalmente mayores del 95% y que se aproximan típi-
camente a los estequiométricos. Comúnmente, los rendi-
mientos pueden ser del 90 - 98%. El análisis de los pro-
5 ductos típicos puede indicar que éstos contienen prácti-
camente la cantidad calculada de estaño y que tienen un
número de acidez que es esencialmente el calculado. Es-
tos productos tienen también puntos de fusión que caen
dentro de intervalos netos, estrechamente definidos.

10 El producto preferido de maleato de dioctil-
estaño puede obtenerse como un polvo visiblemente crista-
lino, de color comprendido entre el blanquecino y el cre-
ma, con rendimientos normalmente mayores del 85%, y que
se aproximan típicamente a los estequiométricos. Común-
15 mente, los rendimientos pueden ser de 90-98%. El análisis
de un producto típico así obtenido puede indicar que és-
te puede contener 24,95 a 26,4%, por ejemplo 25,9%, de
estaño, (calculado, 25,86%). El índice de saponificación
/esto es, de acidez/ puede ser 234-250, por ejemplo 245
20 (calculado, 244). Puede encontrarse que el producto tenga
(en el caso del maleato de di-n-octilestaño) un punto de
fusión de 93 a 96°C.

25 Los nuevos dicarboxilatos de dioctilestaño de
esta invención pueden obtenerse típicamente como materia-
les que fluyen libremente y sustancialmente puros, que
tengan un color comprendido entre el blanquecino y el
crema. Superficialmente, el producto puede encontrarse
en forma de polvo. La observación bajo un microscopio
puede revelar la presencia de cristales que son típic-
30 mente prismas ortorrómbicos. En el caso del nuevo maleato



de di-n-octilestaño, el producto puede, dependiendo del disolvente, verse en forma de prismas hexagonales. Los prismas se caracterizan por una configuración examinada por difracción de rayos X que revela máximos característicos. En el caso del preferido maleato de di-n-octilestaño, los máximos pueden encontrarse a 13,6 Å, 6,86 Å y 4,6 Å en una amplia diversidad de disolventes, con inclusión de ciclohexano, Isopar-E, ó Solvent 210. En el caso del adipato de di-n-octilestaño, el espectro de rayos X puede tener máximos a 12,4, 4,12, 6,31, 3,51, 8,05 y 4,56 Å (por orden de intensidad decreciente). En el caso del succinato de dioctilestaño, los máximos de rayos X por orden de intensidad decreciente pueden encontrarse a 13,7, 6,69, 4,48, 4,74, 4,27, 8,3 7,89 y 3,37 Å.

Estos productos pueden tener típicamente un punto de fusión neto en un estrecho intervalo. En el caso del maleato de di-n-octilestaño, el punto de fusión puede ser 93,5°C-95,5°C.

La solubilidad de estos materiales puede variar. Es típica la del maleato de di-n-octilestaño, que puede disolverse en hidrocarburos aromáticos ligeramente calientes, disolventes alifáticos muy calientes tales como heptano, y cetonas frías tales como la metil-etil-cetona.

La determinación del peso molecular de estas nuevas composiciones puede efectuarse por técnica osmométrica, según la cual las composiciones pueden disolverse en benceno. Se ha encontrado inesperadamente que estos materiales pueden tener pesos moleculares que son 2-4 veces mayores que el peso fórmula. Comúnmente, las composi-



ciones pueden poseer pesos moleculares que pueden variar por recristalización. En un caso, por ejemplo, el peso molecular cambió desde 3,65 pesos fórmula a 2,67 pesos fórmula después de la recristalización en heptano.

5 La práctica del procedimiento de esta invención resultará evidente a partir de los ejemplos que siguen, en los cuales, a no ser que se indique lo contrario, todas las partes son partes en peso.

EJEMPLO 1

10 En este ejemplo, que representa la práctica de una realización preferida del procedimiento de esta invención, pueden añadirse 2.200 partes en peso de heptano comercialmente asequible, de bajo contenido en hidrocarburos aromáticos, a un recipiente de reacción junto
15 con 810 partes (8,25 moles) de anhídrido maleico. La mezcla de reacción puede calentarse a 60°C-65°C y comenzarse la agitación tan pronto como el anhídrido maleico está suficientemente fundido para poder ser agitado. Una vez
20 que el anhídrido maleico está casi totalmente fundido, pueden añadirse al recipiente de reacción 2.980 partes (8,25 M) de óxido de di-n-octilestaño. Preferiblemente, se añade el óxido de di-n-octilestaño en partes alícuotas del total siendo la parte alícuota típica de 180-200 partes en peso. La adición de este material puede controlarse de tal manera que la temperatura se mantenga entre 70°C
25 y 75°C. Preferiblemente, la adición puede llevarse a cabo a lo largo de 20-40 minutos. La adición de óxido de di-n-octilestaño a esta velocidad a lo largo de este período de tiempo puede ser suficiente para permitir el
30 mantenimiento de la mezcla de reacción en condición flúida.



Una vez que el óxido se ha incorporado por completo a la mezcla de reacción, dicha mezcla puede seguir agitándose durante una hora más a 80°C - 85°C . Durante este período, la mezcla de reacción puede llegar a colorearse en ámbar y enturbiarse intensamente.

Transcurridos los 60 minutos, puede añadirse tierra de diatomeas como coadyuvante de filtración en una cantidad de 0,2 partes en peso a la mezcla de reacción, la cual puede agitarse después de ello durante 5 minutos más mientras que se deja enfriar a 65°C . La mezcla de reacción puede filtrarse entonces a través de un filtro de presión precalentado que se mantiene a una temperatura de 60°C - 70°C .

La solución filtrada puede enfriarse lentamente a la temperatura ambiente a lo largo de 90 minutos con agitación. A medida que se enfría el filtrado a 35°C - 40°C puede producirse la cristalización (con una exotermia moderada) y la mezcla de reacción puede llegar a espesarse a 30°C . En este momento pueden añadirse 600-800 partes adicionales de disolvente para diluir la papilla a una consistencia más flúida. Puede entonces proseguirse el enfriamiento hasta 15°C , a cuya temperatura puede mantenerse la mezcla durante una hora. La mezcla así enfriada puede filtrarse y lavarse la torta de filtración con 300 partes en peso de disolvente, secándose por centrifugación después de ello.

La torta de filtración, que puede romperse fácilmente, se puede recuperar y secarse a 50°C - 60°C . El producto así obtenido puede ascender a 3.411 partes en peso (90,6% de rendimiento) de un producto de maleato de



di-n-octilestaño que tiene un punto de fusión de 93°C - 96°C , y un contenido de estaño de 26,15% (teórico 25,86%). El número de acidez puede ser 245 (teórico 244).

EJEMPLO 2

5 En este ejemplo, que representa la práctica de una realización alternativa del procedimiento de esta invención, pueden añadirse 2.930 partes en peso del disolvente Isopar E (mezcla comercialmente asequible de isoparafinas C_8) a un recipiente de reacción junto con 817
10 partes (8,33 moles) de anhídrido maleico. La mezcla de reacción puede calentarse a 60°C - 65°C y comenzarse la agitación tan pronto como el anhídrido maleico está lo suficientemente fundido para poder ser agitado. Una vez que el anhídrido maleico está casi totalmente fundido, se pueden
15 añadir al recipiente de reacción 2.980 partes (8,25 moles) de óxido de di-n-octilestaño. Preferiblemente, el óxido de di-n-octilestaño se añade en partes alícuotas del 5% del total siendo la parte alícuota típica 180-200 partes en peso. La adición de este material puede controlarse de tal manera que se mantenga la temperatura a 70°C -
20 75°C . Preferiblemente, la adición puede llevarse a cabo a lo largo de 20-40 minutos. La adición de óxido de di-n-octilestaño a este ritmo y durante este período de tiempo, puede ser suficiente para permitir el mantenimiento
25 de la mezcla de reacción en condición flúida. Una vez que el óxido se ha añadido por completo a la mezcla de reacción, ésta puede seguir agitándose durante una hora más a 85°C - 95°C . Durante este tiempo, la mezcla de reacción



puede llegar a colorearse en ámbar y enturbiarse intensamente.

5 Transcurridos los 60 minutos, puede añadirse tierra de diatomeas como coadyuvante de filtración en una cantidad de 0,2 partes en peso a la mezcla de reacción, la cual puede agitarse después de ello durante 5 minutos más mientras que se deja enfriar a 65°C. La mezcla de reacción puede filtrarse entonces a través de un filtro de presión precalentado que se mantiene a una temperatura
10 de 60°C-70°C.

La solución filtrada puede enfriarse lentamente a la temperatura ambiente a lo largo de 90 minutos con agitación. A medida que se enfría el filtrado a 35°C-40°C, puede producirse la cristalización y la mezcla de reacción puede llegar a espesarse a 30°C. Se pueden añadir
15 200-400 partes adicionales de disolvente para diluir la papilla hasta una consistencia más flúida. Entonces puede realizarse un enfriamiento ulterior a 15°C, a cuya temperatura puede mantenerse la mezcla durante una hora. La
20 mezcla así enfriada puede filtrarse y lavarse la torta de filtración con 300 partes en peso de disolvente, secándose centrifugamente después de ello.

La torta de filtración, que se puede romper fácilmente, puede recuperarse y secarse a 50°C-60°C. El
25 producto así obtenido puede ascender a 3.690 partes en peso (rendimiento del 98,5%) de un producto de maleato de di-n-octilestaño que tiene un punto de fusión de 93°C-95°C, y un contenido de estaño de 25,8% (teórico 25,86%). El número de acidez puede ser de 249 (teórico 244).



EJEMPLO 3

En este ejemplo, que representa la práctica de una realización alternativa del procedimiento de esta invención, pueden añadirse 2.200 partes en peso de ciclohexano a un recipiente de reacción junto con 817 partes (8,33 moles) de anhídrido maleico. La mezcla de reacción puede calentarse a 60°C-65°C, y comenzarse la agitación tan pronto como el anhídrido maleico esté lo suficientemente fundido para poder ser agitado. Una vez que el anhídrido maleico está casi totalmente fundido, se pueden añadir al recipiente de reacción 2.980 partes (8,25 moles) de óxido de dioctilestaño. Preferiblemente, el óxido de dioctilestaño se añade en partes alícuotas del 5% del total --siendo la parte alícuota típica 180-200 partes en peso. La adición de este material puede controlarse de tal manera que se mantenga la temperatura a 70°C-75°C. Preferiblemente, la adición puede efectuarse a lo largo de 20-40 minutos. La adición de óxido a este ritmo y a lo largo de este período de tiempo puede ser suficiente para permitir el mantenimiento de la mezcla de reacción en condición flúida. Una vez que el óxido se ha añadido completamente a la mezcla de reacción, dicha mezcla puede seguir agitándose durante una hora más a 80°C. Durante este tiempo, la mezcla de reacción puede llegar a colorearse en ámbar y enturbiarse intensamente.

Al final de los 60 minutos, puede añadirse tierra de diatomeas como coadyuvante de filtración en una cantidad de 0,2 partes en peso a la mezcla de reacción, la cual puede agitarse después de ello durante 5 minutos más mientras que se deja enfriar a 65°C. La mezcla de



reacción puede filtrarse entonces a través de un filtro de presión precalentado que se mantiene a una temperatura de 60°C - 70°C .

5 La solución filtrada puede enfriarse lentamente a la temperatura ambiente a lo largo de 90 minutos con agitación. A medida que se enfría el filtrado a 35°C - 40°C , puede producirse la cristalización y la mezcla de reacción puede llegar a espesarse a 30°C . Se puede añadir 600-800 partes adicionales de disolvente para diluir la papilla hasta una consistencia más flúida. Puede realizarse entonces un enfriamiento ulterior a 15°C , a cuya temperatura puede filtrarse la mezcla y lavarse la torta de filtración con 300 partes en peso de disolvente, secándose después por centrifugación.

15 La torta de filtración, que se puede romper fácilmente, puede recuperarse y secarse seguidamente a 50°C - 60°C . El producto así obtenido puede ascender a 3.560 partes en peso (rendimiento del 90,6%) de un producto de maleato de dioctilestaño, que tiene un punto de fusión de 93°C - 95°C y un contenido de estaño de 25,54% (teórico, 25,86%). El número de acidez puede ser 246,7 (teórico, 244).

25 De los ejemplos anteriores, se deducirá claramente que es posible por la práctica de este nuevo procedimiento obtener maleatos de dioctilestaño puros directamente a partir de una mezcla de reacción por cristalización. No es necesario destilar el disolvente ni envejecer el producto durante períodos de tiempo prolongados, ni tampoco redestilar el producto a fin de obtener la pureza deseada --como es típico en el caso de los procedi-

30



mientos de la técnica anterior empleados hasta ahora para producir este material.

EJEMPLO 4

5 En este ejemplo, que representa la práctica de una realización preferida del procedimiento de esta invención, pueden añadirse 150 partes en peso de un heptano comercial a un recipiente de reacción junto con 40,4 partes (0,277 M) de ácido adípico. Se pueden añadir 100 partes de óxido de di-n-octilestaño. La mezcla de reacción puede calentarse a reflujo (85°C). El agua formada en la reacción puede separarse durante 200 minutos por condensación en un aparato de Dean Stark. La temperatura de la reacción se elevó luego a 97°C, después de que se recogieron 5 partes. Se obtuvo una solución clara de color amarillo. La solución se enfrió a 75°C y se añadieron 15 0,2 partes de tierra de diatomeas. La solución se filtró y se enfrió lentamente. La cristalización tuvo lugar a 43°C.

20 Tuvo lugar un efecto exotérmico que elevó la temperatura a 52°C. Pueden añadirse 50 partes de heptano y enfriarse la mezcla a la temperatura ambiente durante una hora. La mezcla así enfriada puede filtrarse, y lavarse la torta de filtración con una pequeña cantidad de disolvente, secándose después de ello.

25 La torta de filtración, que se puede romper fácilmente, puede recuperarse y secarse a 50°C-60°C. El producto así obtenido puede ascender a 129,4 partes en peso (rendimiento de 95,6%) de un producto que tiene un



punto de fusión de 75°C y un contenido de estaño de 24,26 % (teórico 24,26%). El número de acidez puede ser 240 (teórico 229).

5 El peso molecular (osmometría en cloroformo) fué 692.

EJEMPLO 5

En este ejemplo, que representa la práctica de una realización preferida del procedimiento de esta invención, pueden añadirse 75 partes en peso de Isopar E (una mezcla comercialmente asequible de iso-octanos) a un recipiente de reacción junto con 28,2 partes (0,28 M) de anhídrido succínico. La mezcla de reacción puede calentarse a 120°C y comenzarse la agitación tan pronto como el anhídrido esté suficientemente fundido para poder ser agitado. Una vez que el anhídrido esté casi completamente fundido, se pueden añadir al recipiente de reacción 100 partes (0,28M) de óxido de di-n-octilestaño. Preferiblemente, el óxido de di-n-octilestaño se añade en partes alícuotas del 10% del total por espacio de 30 minutos. La adición de óxido de di-n-octilestaño a este ritmo y durante este período de tiempo puede ser suficiente para permitir el mantenimiento de la mezcla de reacción en condición flúida. Una vez que se ha añadido completamente el óxido a la mezcla de reacción, dicha mezcla puede agitarse ulteriormente durante una hora más a la temperatura de reflujo de 135°C, temperatura que se alcanzó después de 90 minutos. En este momento, la mezcla de reacción puede llegar a aclararse.



La mezcla puede enfriarse a 120°C - 125°C y puede añadirse "dicalite" como coadyuvante de filtración en una cantidad de 0,2 partes en peso a la mezcla de reacción, la cual puede filtrarse después a través de un filtro de presión precalentado que se mantiene a una temperatura de 125°C .

La solución filtrada puede enfriarse lentamente por espacio de 30 minutos con agitación. A medida que se enfría el filtrado a 106°C , puede producirse cristalización. Se pueden añadir 100 partes de disolvente adicional. Entonces puede efectuarse un enfriamiento ulterior a 15°C , temperatura a la que puede filtrarse la mezcla y lavarse la torta de filtración con una pequeña cantidad de disolvente Isopar E, secándose después de ello.

La torta de filtración, que se puede romper fácilmente, puede recuperarse y secarse a 50°C . El producto así obtenido puede ascender a 123,6 partes en peso (rendimiento de 97%) de un producto que tiene un punto de fusión de 140°C , y un contenido de estaño de 25,71% (teórico, 25,74%). El número de acidez puede ser 240 (teórico, 243).

El peso molecular (osmometría en cloroformo) fué 954.

Aunque esta invención se ha ilustrado con referencia a ejemplos específicos, los cambios en los mismos que caen claramente dentro del objeto de esta invención serán evidentes para los expertos en la técnica.



REIVINDICACIONES

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:

5 1.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño que comprende hacer reaccionar cantidades sustancialmente estequiométricas de óxido de dioctilestaño y ácido dicarboxílico o anhídrido dicarboxílico en presencia de un disolvente hidrocarbonado alifático inerte como medio de reacción, formándose así dicarboxilato de dioctilestaño; enfriar dicho medio de reacción una vez completada dicha reacción, cristalizándose así dicarboxilato de dioctilestaño; recuperar dicho dicarboxilato de dioctilestaño cristalizado como producto; y mantener dicho disolvente hidrocarbonado alifático inerte en fase líquida durante dicha recuperación.

10 2.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que dicho disolvente hidrocarbonado alifático inerte tiene de 5 a 16 átomos de carbono.

15 3.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que dicho disolvente hidrocar-



bonado alifático inerte tiene de 6 a 8 átomos de carbono.

5 4.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que dicho disolvente hidrocarbonado alifático inerte es un disolvente hidrocarbonado alifático de cadena recta.

10 5.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que dicho disolvente hidrocarbonado alifático inerte es heptano.

15 6.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que dicho disolvente hidrocarbonado alifático inerte tiene un punto de ebullición inferior a 150°C .

20 7.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que dicho disolvente hidrocarbonado alifático inerte es un hidrocarburo isoparafínico.

25 8.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que la temperatura de reacción se mantiene a 60°C aproximadamente.

9.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que la temperatura de reacción se mantiene por debajo de 130°C .

30 10.- El procedimiento de preparación de dicar-



boxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que la temperatura de reacción se mantiene a 60°C - 100°C .

5 11.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que, una vez terminada la reacción, dicho medio de reacción se enfría a 15°C - 40°C , a cuya temperatura puede separarse dicho dicarboxilato de dioctilestaño en forma cristalina.

10 12.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño anhidro como se reivindica en la Reivindicación 1, en el que la relación de disolvente a producto se mantiene en un valor comprendido entre 0,55 :1 y 2:1.

15 13.- El procedimiento de preparación de maleato de dioctilestaño que comprende hacer reaccionar cantidades sustancialmente estequiométricas de anhídrido maleico y óxido de dioctilestaño en presencia de un disolvente hidrocarbonado alifático inerte como medio de reacción, formándose así maleato de dioctilestaño; enfriar
20 dicho medio de reacción una vez completada dicha reacción, cristalizándose así dicho maleato de dioctilestaño; filtrar dicho maleato de dioctilestaño cristalizado; y mantener dicho disolvente hidrocarbonado alifático inerte en
25 fase líquida durante dicha filtración.

14.- El procedimiento de preparación de dicarboxilato de dioctilestaño.

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

30 Esta Memoria consta de veintitres hojas escri-



tas a máquina por una sola cara.

Madrid, 7 de Feb. 1969

P.A.

Alfonso de Alarcón
Alfonso