



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 699 15 878 T2 2005.03.03

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 140 751 B1

(51) Int Cl.⁷: C07C 29/141

(21) Deutsches Aktenzeichen: 699 15 878.8

(86) PCT-Aktenzeichen: PCT/US99/29903

(96) Europäisches Aktenzeichen: 99 968 898.9

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: WO 00/35844

(86) PCT-Anmeldetag: 16.12.1999

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: 22.06.2000

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 10.10.2001

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: 24.03.2004

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 03.03.2005

(30) Unionspriorität:

112839 P 18.12.1998 US

(84) Benannte Vertragsstaaten:

BE, CH, DE, ES, FR, LI, NL

(73) Patentinhaber:

Dow Global Technologies, Inc., Midland, Mich., US

(72) Erfinder:

VOSEJPKA, C., Paul, Midland, US; HUCUL, A., Dennis, Midland, US; MAUGHON, R., Bob, Midland, US; ITO, N., Larry, Midland, US; CAMPBELL, M., Robert, Midland, US

(74) Vertreter:

derzeit kein Vertreter bestellt

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON 2,3-DIHALOGENPROPANOLEN

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelebt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von 2,3-Dihalogenpropanolen und Verwendung eines Iridiummetalls plus eines zweiten Misch-Übergangsmetallkatalysators, bei welchem das zweite Übergangsmetall Ruthenium, Eisen, Molybdän, Wolfram, Rhenium, Osmium, Mangan oder Vanadium umfaßt.

[0002] Misch-Übergangsmetallkatalysatoren wurden früher hergestellt. Beispielsweise berichten Hamada et al., in Appl. Catal., 1986, 27, 265–73 und Sekiyu Gakkaishi, 1998, 41, 66–70, über die Herstellung von heterogenen Iridium/Ruthenium-Mischmetallkatalysatoren für die Hydrierung von Kohlenmonoxid und die Hydrogenolyse von n-Butan; Van Gruijthuijsen, et al., in J. Catal., 1997, 170, 331–345, berichten über die Herstellung von heterogenen Iridium/Eisen-Mischmetallkatalysatoren für die Hydrierung von Kohlenmonoxid, und Kuwahara, et al., berichten in Chemistry Letters, 1985, 205–206, die Herstellung von heterogenen Iridium/Molybdän-Mischmetallkatalysatoren für die Hydrierung von Kohlenmonoxid.

[0003] Die UK-Patentanmeldung GB 2175896A beschreibt ein Verfahren für die Herstellung von Alkoholen aus Aldehyden durch Hydrierung von aliphatischen Aldehyden zur Bildung der entsprechenden Alkohole bei einer guten Umwandlungsrate und mit hoher Selektivität bei gleichzeitiger Anwesenheit von Wasserstoff und Kohlenmonoxid und durch Verwendung eines Misch-Übergangsmetall-Hydrierkatalysators, der einschließt (A) wenigstens ein Element, ausgewählt aus der aus Eisen und Molybdän bestehenden Gruppe, und (B) wenigstens ein Element, ausgewählt aus der aus Rhodium, Palladium und Iridium bestehenden Gruppe.

[0004] Das US-Patent Nr. 5 744 655, erteilt an Thomas et al., 28. April 1998, beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines 2,3-Dihalogenpropanols durch Umsetzung von 2,3-Dihalogenpropanal mit einem Hydriermittel in Anwesenheit eines Übergangsmetall enthaltenden Katalysators unter solchen Bedingungen, daß 2,3-Dihalogenpropanol gebildet wird.

[0005] Mehrere Katalysatoren für die oben genannte Reduktionsreaktion von 2,3-Dihalogenpropanol sind im US-Patent Nr. 5 744 655 und im US-Patent Nr. 6 008 419 beschrieben, einschließlich Katalysatoren, welche ein "Metall der Gruppe VIIIA, ausgewählt unter Eisen, Kobalt, Nickel, Ruthenium, Rhodium, Palladium, Osmium, Iridium, Platin und Mischungen hiervon" enthalten. Die im Stand der Technik bekannten Katalysatoren werden ausgewählt, um hohe Umwandlung und Selektivität bei den Reaktionen vom Einzelansatztyp zu liefern. Keine tatsächlichen Angaben werden für Katalysatoren mit andauernder Umwandlung und Selektivität gemacht.

[0006] Es soll daher ein Hydrierverfahren zur Umwandlung von 2,3-Dihalogenpropanal in 2,3-Dihalogenpropanol unter Verwendung eines Übergangsmetallkatalysators bereitgestellt werden, worin der Katalysator eine lang andauernde Hydrieraktivität bei hoher Umwandlung und Selektivität ergibt.

[0007] Eine Ausführungsform der vorliegenden Erfindung beruht auf dem Auffinden von Mischungen eines Iridiummetalls, als erstes Übergangsmetall, und eines zweiten Übergangsmetalls, ausgewählt aus Ruthenium-, Eisen-, Molybdän-, Wolfram-, Rhenium-, Osmium-, Mangan- oder Vanadiummetall auf einem Träger, welche als Katalysatoren für die Hydrierung von 2,3-Dihalogenpropanal zu 2,3-Dihalogenpropanol nützlich sind. Das Iridiummetall plus dem zweiten Übergangsmetall, die als ein Misch-Metallkatalysator verwendet werden, wandeln in effizienter Weise 2,3-Dihalogenpropanal mit hoher Selektivität in 2,3-Dihalogenpropanol um, und sie zeigen unerwarteterweise lang anhaltende Aktivität für die Hydrierreaktion. Keiner vor den Erfindern der vorliegenden Erfindung hat eine Mischung von Iridium/zweitem Übergangsmetall als einen Katalysator für die Hydrierung von 2,3-Dihalogenpropanal zu 2,3-Dihalogenpropanol verwendet.

[0008] Eine andere Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von 2,3-Dihalogenpropanol unter Verwendung der oben genannten Katalysatoren, umfassend die Stufe der Umsetzung von 2,3-Dihalogenpropanal mit einem Hydriermittel in Anwesenheit der oben genannten Misch-Metallkatalysatoren aus Iridium/zweitem Übergangsmetall unter solchen Bedingungen, daß 2,3-Dihalogenpropanol gebildet wird.

[0009] Noch eine andere Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Epihalogenhydrin, umfassend die Stufen von:

- (1) Reduzieren von 2,3-Dihalogenpropanal zur Bildung von 2,3-Dihalogenpropanol, wie oben beschrieben; und
- (2) Cyclisierung des 2,3-Dihalogenpropanols zur Herstellung von Epihalogenhydrin.

[0010] Dieses Verfahren zur Herstellung von Epihalogenhydrin verwendet vorteilhafterweise nur etwa 1 Mol molekulares Halogen pro Mol von erzeugtem Epihalogenhydrin. Dieses Verfahren reduziert die Menge von halogenierten organischen Verbindungen in der Abfallströmung um mehr als 60%, relativ zu dem kommerziellen Allylchlorid-Weg. Dieses Verfahren verwendet ebenfalls wesentlich weniger Wasser als der Allylchlorid-Weg. Das Reduktionsmittel kann Wasserstoff sein, so daß keine Notwendigkeit zur Rückführung von Keton zu Alkohol besteht, wie bei einer Transferhydrierung.

[0011] Das Verfahren der vorliegenden Erfindung zur Herstellung von 2,3-Dihalogenpropanol aus einem 2,3-Dihalogenpropanal ist allgemein eine Reduktionsreaktion eines Aldehyds zu einem Alkohol. Die Reduktion wird durch Hydrieren eines Dihalogenpropanals zu einem Dihalogenpropanol in Anwesenheit eines Katalysators durchgeführt.

[0012] Die in der vorliegenden Erfindung brauchbaren Katalysatoren werden so ausgewählt, daß sie unter Reaktionsbedingungen die Hydrierung von praktisch der Gesamtmenge der Aldehydeinheiten in dem Dihalogenpropanalmolekül zu primären Alkoholeinheiten katalysieren, ohne daß die Halogene, welche an das Molekül gebunden sind, wesentlich beeinträchtigt werden. Der Katalysator ist vorteilhafterweise eine Kombination von Iridiummetall mit einem zweiten Übergangsmetall, welches Ruthenium, Eisen, Molybdän, Wolfram, Rhenium, Osmium, Mangan oder Vanadium umfaßt, in einem effektiven Verhältnis zur Bereitstellung einer lang andauernden hohen katalytischen Aktivität und einer hohen Selektivität für das Dihalogenpropanol.

[0013] Als Erläuterung der vorliegenden Erfindung ist beispielsweise für Iridum/Ruthenium-Mischmetallkatalysatoren das Atomverhältnis von Iridiummetall zu Rutheniummetall in dem Katalysator im allgemeinen von 0,02 bis 15, bevorzugt von 0,05 bis 10, mehr bevorzugt von 0,15 bis 8 und am meisten bevorzugt von 0,3 bis 2,0.

[0014] Die Selektivität für die Bildung von 2,3-Dihalogenpropanol unter Verwendung der Iridium/Ruthenium-Mischmetallkatalysatoren ist größer als 75%, bevorzugt größer als 80% und mehr bevorzugt größer als 90%.

[0015] Die in der vorliegenden Erfindung brauchbaren Katalysatoren haben weiterhin bevorzugt eine anfängliche Katalysatoraktivität bei ansatzweisen Reaktionen von größer als 50% Dihalogenpropanalumwandlung in 30 Minuten für eine erste Charge von 2,5 Gramm Dihalogenpropanal/Gramm Katalysator, und eine zweite gemessene Katalysatoraktivität unter Verwendung desselben Katalysators von wenigstens größer als 50% Dihalogenpropanalumwandlung in 30 Minuten für eine zweite Charge von 2,5 Gramm Dihalogenpropanal/Gramm Katalysator. Obwohl dies die bevorzugten anfänglichen Katalysatoraktivitäten für eine erste Charge von 2,5 Gramm Dihalogenpropanal/Gramm Katalysator sind, kann der Katalysator sicher mit Chargen von weniger als 2,5 Gramm Dihalogenpropanal/Gramm Katalysator zur Reaktion gebracht werden.

[0016] Der in der vorliegenden Erfindung brauchbare Katalysator kann in homogener oder heterogener Form vorliegen. Bevorzugt ist der Katalysator ein heterogener Katalysator.

[0017] Die in der vorliegenden Erfindung brauchbaren heterogenen Katalysatoren können beispielsweise sein: ein Iridiummetall und ein zweites Übergangsmetall, abgelagert oder absorbiert auf einem unlöslichen Träger wie Siliziumdioxid, silyliertem Siliziumdioxid, Kohlenstoff, Aluminiumoxid, Zirkoniumdioxid, Titandioxid, Magnesiumoxid und anderen üblichen Trägern, die auf dem Fachgebiet bekannt sind. Träger, welche in der vorliegenden Erfindung verwendet werden können, sind beschrieben in: Poncelet et al., Herausgeber, Preparation of Catalysts III, New York, 1983; P. N. Rylander, Hydrogenation Methods, Academic Press, London, 1985; P. N. Rylander, Catalytic Hydrogenation Over Platinum Metals, Academic Press, New York, 1967; P. Rylander, Catalytic Hydrogenation in Organic Syntheses, Academic Press, New York, 1979. Ebenfalls kann der in der vorliegenden Erfindung brauchbare heterogene Katalysator ein Iridiummetall und ein zweites Übergangsmetall, koordiniert an Liganden, die an ein Harz gebunden sind, sein, beispielsweise an phosphiniertem Polystyrol. Der Gewichtsgesamtprozentsatz der Metallbeladung auf dem Träger beträgt bevorzugt von 0,001 bis 50 Gew.-%, mehr bevorzugt von 0,01 bis 10 Gew.-% und am meisten bevorzugt von 0,05 bis 5 Gew.-%.

[0018] Der in dem Reaktionsgemisch der vorliegenden Erfindung brauchbare homogene Katalysator enthält Mischungen von löslichen Iridiumverbindungen und Verbindungen des zweiten Übergangsmetalls oder einen löslichen Misch-Metallkomplex von Iridium/zweitem Übergangsmetall. Beispiele von löslichen Metallverbindungen schließen Halogenide, Acetoacetate, Acetate und Hydroxide von Iridium und dem zweiten Übergangsmetall ein. Ein in der vorliegenden Erfindung brauchbarer homogener Katalysator schließt beispielsweise eine Mischung von RuCl_3 und IrCl_3 ein.

[0019] Der in der vorliegenden Erfindung brauchbare homogene Katalysator kann weiterhin einen koordinierenden Liganden enthalten. Beispiele von geeigneten koordinierenden Liganden schließen beispielsweise ein: Phosphine, 1,5-Cyclooctadien (COD), Norbornadien (NBD), Arsine, Stibine, Kohlenmonoxid, Ether, Cyclopentadienyl (Cp), aromatische Amine, Sulfoxide wie Dimethylsulfoxid (DMSO) und Mischungen hiervon. Beispiele von geeigneten Phosphinen schließen insbesondere Triarylphosphin und noch mehr besonders Triphenylphosphin ein. Ein spezifisches Beispiel eines in der vorliegenden Erfindung brauchbaren homogenen Katalysator schließt eine Mischung von $\text{RuCl}_2(\text{PPh}_3)_3$ und $(\text{COD})\text{Ir}(\text{PPh}_2\text{Me})_2^+\text{PF}_6^-$ ein.

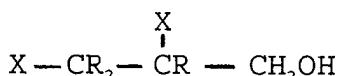
[0020] Der in dem Reaktionsgemisch der vorliegenden Erfindung brauchbare homogene Katalysator kann ebenfalls aus einer Mischung einer löslichen Iridiumverbindung und löslichen Verbindung eines zweiten Übergangsmetalls oder aus Komplexen mit zugesetztem koordinierendem Liganden, wie beispielsweise RuCl_3 und IrCl_3 mit PPh_3 , bestehen.

[0021] Die Misch-Metallkatalysatoren von Iridium/zweitem Übergangsmetall der vorliegenden Erfindung, wie oben beschrieben, werden vorteilhafterweise bei einer Hydrierreaktion zur Bildung von 2,3-Dihalogenpropanen aus 2,3-Dihalogenpropanalen eingesetzt.

[0022] 2,3-Dihalogenpropanole sind wichtige Zwischenprodukte bei der Herstellung von Epihalogenhydrin.

[0023] Die 2,3-Dihalogenpropanole der vorliegenden Erfindung werden allgemein durch die folgende Formel wiedergegeben:

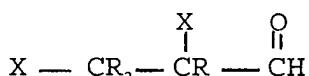
Formel I



worin jedes "X" unabhängig ein Halogen ist, bevorzugt Chlor oder Brom ist und am meisten bevorzugt Chlor ist; und jedes "R" unabhängig Wasserstoff oder eine niedere (C_1 bis C_6) Hydrocarbylgruppe ist, bevorzugt Wasserstoff oder eine niedere Alkylgruppe ist, mehr bevorzugt Wasserstoff oder eine Methylgruppe ist und am meisten bevorzugt Wasserstoff ist. 2,3-Dichlorpropanol ist das am üblichsten verwendete Glied dieser Klasse.

[0024] Die 2,3-Dihalogenpropanale der vorliegenden Erfindung werden allgemein durch die folgende Formel wiedergegeben:

Formel II



worin jedes "X" unabhängig ein Halogen ist, bevorzugt Chlor oder Brom und am meisten bevorzugt Chlor ist; und jedes "R" unabhängig Wasserstoff oder eine niedere (C_1 bis C_6) Hydrocarbylgruppe ist, bevorzugt Wasserstoff oder eine niedere Alkylgruppe ist, mehr bevorzugt Wasserstoff oder eine Methylgruppe ist und am meisten bevorzugt Wasserstoff ist.

[0025] Beispiele von geeigneten 2,3-Dihalogenpropanalen, die in der vorliegenden Erfindung brauchbar sind, schließen ein:

2,3-Dichlorpropanal, 2,3-Dibrompropanal, 2,3-Dichlor-2-methylpropanal, 2,3-Dibrom-2-methylpropanal und Mischungen hiervon. Das in der vorliegenden Erfindung verwendete 2,3-Dihalogenpropanal ist am meisten bevorzugt ein unsubstituiertes 2,3-Dichlorpropanal zur Bildung von 2,3-Dichlorpropanol. Ein unsubstituiertes 2,3-Dibrompropanal kann ebenfalls zur Bildung von 2,3-Dibrompropanol verwendet werden.

[0026] Das Dihalogenpropanal wird durch Umsetzung des Dihalogenpropanals mit einem Hydriermittel in Anwesenheit des Katalysators der vorliegenden Erfindung hydriert. Die Hydrierreaktion ist im einzelnen im US-Patent Nr. 5 744 655 beschrieben. Das in der vorliegenden Erfindung brauchbare Hydriermittel kann beispielsweise Wasserstoff, Alkohole, Hydrazine, Formate oder Kombinationen hiervon sein. Beispiele von geeigneten Alkoholen, die als das Hydriermittel in der vorliegenden Erfindung brauchbar sind, können primäre oder sekundäre Alkohole, wie Methanol, Ethanol und C_3 bis C_{10} primäre und sekundäre Alkohole sein. Beispiele von anderen sekundären Alkoholen, welche in der vorliegenden Erfindung brauchbar sind, sind im US-Patent Nr. 2 860 146 beschrieben. Das in der vorliegenden Erfindung verwendete Hydriermittel ist bevorzugt mo-

lekularer Wasserstoff.

[0027] Die Hydrierreaktion verbraucht 1 Mol von Hydriermittel pro Mol von Dihalogenpropanol, welches hergestellt wird. Im allgemeinen sind wenigstens 0,6 Mol Hydriermittel pro Mol von 2,3-Dihalogenpropanal zum Verbrauch während des Ablaufes der Reaktion verfügbar, bevorzugt wenigstens 0,75 Mol von molekularem Wasserstoff pro Mol von 2,3-Dihalogenpropanal sind zum Verbrauch im Verlauf der Reaktion verfügbar, mehr bevorzugt wenigstens 0,9 Mol und am meisten bevorzugt wenigstens 1 Mol sind zum Verbrauch während des Ablaufs der Reaktion verfügbar. Wenn weniger als 1 Mol Hydriermittel pro Mol von 2,3-Dihalogenpropanal zum Verbrauch im Verlauf der Reaktion verfügbar ist, ist die Reaktion weniger effizient, bei vollständiger Umwandlung des 2,3-Dihalogenpropanals nicht erreicht wird. Jedoch muß nicht das gesamte Hydriermittel beim Start der Reaktion verfügbar sein. Das Hydriermittel kann stufenweise oder kontinuierlich zugesetzt werden, wenn die Reaktion fortschreitet. In diesem Fall kann das Reaktionsgemisch bei einem beliebigen Zeitpunkt einen stöchiometrischen Überschuß von Dihalogenpropanal über dem Hydriermittel enthalten. Als eine Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann ein erforderlicher Überschuß von Hydriermittel für die Vervollständigung der Umwandlung in der Reaktion verwendet werden. Allgemein können beispielsweise von 10% bis 20% Überschuß an Hydriermittel verwendet werden.

[0028] Die maximale Menge von Hydriermittelquelle ist nicht kritisch, und sie wird durch praktische Gesichtspunkte wie Druck, Reaktorleistungsfähigkeit und Sicherheit bestimmt. Wenn die Hydriermittelquelle gasförmig ist, ist die Menge von Hydriermittel bevorzugt wenigstens ausreichend, um den gewünschten Druck bereitzustellen. Jedoch enthält in den meisten Fällen der Reaktor bevorzugt nicht mehr als 1000 Mol molekularen Wasserstoff pro Mol an 2,3-Dihalogenpropanal und mehr bevorzugt enthält er nicht mehr als 100 Mol. Gasförmige Hydriermittelquellen wie molekularer Wasserstoff werden bevorzugt entsprechend bekannten Methoden zum Mischen eines gasförmigen Reagens mit einem flüssigen Reaktionsgemisch eingesetzt, wie das blasenförmige Durchleiten des Gases durch das Gemisch unter Rühren oder Solubilisieren des Wasserstoffs unter Druck.

[0029] Die Hydrierreaktion wird wahlweise, jedoch bevorzugt, in Anwesenheit eines Lösungsmittels durchgeführt. Das Lösungsmittel kann protisch, aprotisch oder Mischungen hiervon sein. Das Lösungsmittel ist bevorzugt inert mit Bezug auf alle Reaktionsteilnehmer unter den Reaktionsbedingungen. Das Lösungsmittel kann so ausgewählt werden, daß: (1) das Lösungsmittel unter Reaktionsbedingungen nicht siedet; und (2) 2,3-Dihalogenpropanol aus dem Lösungsmittel durch Destillation oder Extraktion gewonnen werden kann. Beispiele von in der vorliegenden Erfindung brauchbaren Lösungsmitteln schließen Wasser, Carbonsäuren, Phenolverbindungen, aliphatische Alkohole, aromatische und aliphatische Kohlenwasserstoffe, Carbonate, Ether, Glyme, Glykolether, halogenierte Kohlenwasserstoffe und Mischungen hiervon ein. Spezifische Beispiele der in der vorliegenden Erfindung brauchbaren Lösungsmittel schließen Wasser, Essigsäure, Phenol, Methanol, 2,3-Dichlorpropanol, Toluol, Cyclohexan, Hexan, Propylencarbonat, Dioxan, Diphenylether, Diglyme, 1,2-Dimethoxyethan, Methylenechlorid, Ethyldichlorid und Mischungen hiervon ein.

[0030] Die Lösungsmittelmenge ist nicht kritisch, und sie wird hauptsächlich durch praktische Gesichtspunkte bestimmt, wie durch die Fähigkeit zum Auflösen des Katalysators (im Fall von homogenen Katalysatoren) und der Effizienz des Reaktors.

[0031] Im allgemeinen beträgt die Lösungsmittelmenge, welche in dem Reaktionsgemisch der vorliegenden Erfindung vorliegen kann, von 0 bis 99,99 Gew.-%, bevorzugt von 0 bis 95 Gew.-% und mehr bevorzugt von 0 bis 90 Gew.-%, am meisten bevorzugt von 0 bis 80%.

[0032] In den meisten Fällen enthält das Hydrierreaktionsgemisch wenigstens 5 Gew.-% 2,3-Dihalogenpropanal, mehr bevorzugt wenigstens 10 Gew.-% und am meisten bevorzugt wenigstens 20 Gew.-%. Die Reaktion kann ebenfalls in reinem 2,3-Dihalogenpropanal (100 Gew.-% 2,3-Dihalogenpropanal) ablaufen gelassen werden.

[0033] Das Reaktionsgemisch enthält häufig kleinere Mengen von starken Mineralsäuren wie Halogenwasserstoff, was bestimmte Nebenreaktionen bewirken kann. Die Reaktion kann in Anwesenheit eines Säurefängers durchgeführt werden. Beispiele von in der vorliegenden Erfindung brauchbaren geeigneten Säurefängern schließen Alkalimetallcarbonate, Alkalimetallbicarbonate, quaternäre Ammonium- oder Phosphoniumcarboxylate, -bicarbonate, -carbonate, Alkalimetallcarboxylate, Epoxide und Mischungen hiervon ein. Spezifische Beispiele von Säurefängern schließen Natriumcarbonat, Natriumbicarbonat, Ethylenoxid, Propylenoxid, Butylenoxid, Epichlorhydrin und Mischungen hiervon ein. Epichlorhydrin ist das bevorzugte Epoxid, welches als ein Säurefänger dient. Im allgemeinen beträgt das Molverhältnis von Säurefänger zu 2,3-Dihalogenpropanal in dem Reaktionsgemisch von 0,01 bis 1 und bevorzugt von 0,01 bis 0,5 und am meisten bevorzugt von 0,01 bis

0,1.

[0034] Die Temperatur der Hydrierreaktion ist nicht kritisch, vorausgesetzt, daß alle der Reaktionsteilnehmer und der Katalysator in innigem Kontakt miteinander sind. Jedoch erfordern niedrige Temperaturen längere Reaktionszeiten. Die Reaktionstemperatur beträgt bevorzugt wenigstens –10°C, mehr bevorzugt wenigstens 20°C und am meisten bevorzugt wenigstens 50°C. Die Reaktionstemperatur ist bevorzugt geringer als 250°C, mehr bevorzugt nicht größer als 150°C und am meisten bevorzugt nicht größer als 120°C. Die Reaktionstemperatur beträgt bevorzugt von 0°C bis 200°C und mehr bevorzugt von 50°C bis 120°C.

[0035] Der Druck der Hydrierreaktion ist nicht kritisch, sofern ausreichend Wasserstoff in dem Reaktionsgemisch zum Ablauf der Reaktion vorliegt. Der Druck beträgt bevorzugt wenigstens etwa 14 psia (97 kPa, 1 Atmosphäre) und mehr bevorzugt wenigstens 50 psia (340 kPa, 3,4 Atmosphären). Der Druck beträgt bevorzugt nicht mehr als 3000 psia (21 MPa, 220 Atmosphären). Höhere Drücke könnten zu kürzeren Reaktionszeiten führen.

[0036] Das Produkt der Hydrierreaktion ist ein 2,3-Dihalogenpropanol mit einer Struktur, welche von dem 2,3-Dihalogenpropanal abstammt. Das Produkt kann nach bekannten Methoden wie durch Extraktion oder Destillation gewonnen werden. Das Produkt kann in so niedrigen Ausbeuten wie 2% gewonnen werden, jedoch wird aus ökonomischen Gesichtspunkten das Produkt der vorliegenden Erfindung im allgemeinen in Ausbeuten von wenigstens 60% (bezogen auf die Anfangsmenge von 2,3-Dihalogenpropanal) gewonnen und bevorzugt in Ausbeuten von wenigstens 80%, mehr bevorzugt in Ausbeuten von wenigstens 90% und am meisten bevorzugt in Ausbeuten von wenigstens 95% gewonnen.

[0037] Die Hydrierreaktion ist besonders bei einem Verfahren zur Herstellung von Epichlorhydrin nützlich. Sobald das 2,3-Dihalogenpropanol unter Anwendung der Reaktion der vorliegenden Erfindung hergestellt ist, kann das 2,3-Dihalogenpropanol zur Herstellung von Epihalogenhydrin nach auf dem Fachgebiet wohlbekannten Verfahren cyclisiert werden. Mehr speziell, die katalytische Hydrierreaktionsstufe der vorliegenden Erfindung kann bei einem Vierstufenverfahren zur Herstellung von Epichlorhydrin aus Propylen wie folgt benutzt werden:

[0038] In Stufe (1) wird ein Kohlenwasserstoff mit 3 Kohlenstoffen, wie Propylen, unter Bildung von Acrolein oxidiert. Verfahren für diese Reaktion sind bereits auf dem Fachgebiet bekannt, und sie sind in den folgenden Referenzen beschrieben: Watanabe et al. (US-Patent 4 008 281 (15. Februar 1977)); Childress et al. (US-Patent 4 049 577 (20. September 1977)); Childress et al. (US-Patent 4 129 600 (12. Dezember 1978)); Daumas et al. (US-Patent 4 166 808 (4. September 1979)); Caillod et al. (US-Patent 5 225 389 (6. Juli 1993)) und Kobayashi et al. (US-Patent 5 326 916 (5. Juli 1994)). In den meisten Fällen wird Propylen in einer Gasphase mit Sauerstoff in Anwesenheit eines Katalysators, wie Bismuth-Phosphor-Molybdän, kontaktiert. Acrolein kann ebenfalls durch Oxidation von Allylalkohol hergestellt werden. Acrolein ist ferner kommerziell erhältlich, beispielsweise von Aldrich Chemical Company, Inc. und Fisher Scientific Acros Organics.

[0039] In Stufe (2) wird Acrolein zur Herstellung von 2,3-Dihalogenpropanal halogeniert. Diese Stufe wurde im US-Patent 2 860 146 beschrieben. Bevorzugt wird das Acrolein mit molekularem Halogen, wobei dies bevorzugt molekulares Chlor oder molekulares Brom und mehr bevorzugt molekulares Chlor ist, in Kontakt gebracht. Die Reaktionstemperatur von Stufe (2) beträgt bevorzugt nicht mehr als 125°C und mehr bevorzugt nicht mehr als 50°C. Sie beträgt bevorzugt wenigstens –10°C und mehr bevorzugt wenigstens 0°C. Die Reaktion von Stufe (2) kann in reinem Zustand ablaufen, oder sie kann in Anwesenheit eines organischen Lösungsmittels, welches praktisch inert mit Bezug auf alle Reaktionsteilnehmer unter Reaktionsbedingungen ist, erfolgen. Beispiele von geeigneten, in Stufe (2) brauchbaren Lösungsmitteln schließen halogenierte Kohlenwasserstoffe, wie Methylenechlorid, 1,2-Dichlorethan und 1,2-Dichlorpropan, Dioxan, aliphatische Kohlenwasserstoffe wie Pentan, Hexan, Heptan und Mischungen hiervon ein.

[0040] Die Konzentration von Wasser in dem Reaktionsgemisch von Stufe (2) wird bevorzugt minimiert, weil Wasser mit dem 2,3-Dihalogenpropanalprodukt unter Bildung von Verunreinigungen reagieren kann.

[0041] Der Partialdruck von Halogen, beispielsweise Chlor, liegt bevorzugt auf einem Wert, welcher durch die Wärmeentfernungsgeschwindigkeit des Reaktors ins Gleichgewicht gesetzt wird. Beispielsweise kann der Halogenpartialdruck von 0 (0 kPa) bis 30 psia (207 kPa) betragen. Die Ausbeute von 2,3-Dihalogenpropanal beträgt bevorzugt wenigstens 90%.

[0042] Stufe (3) ist die Reduktion von 2,3-Dihalogenpropanal zu 2,3-Dihalogenpropanol. Die bevorzugten

Ausführungsformen dieser Stufe wurden zuvor in dieser Anmeldung beschrieben.

[0043] Beispielsweise umfaßt eine Ausführungsform des Verfahrens der vorliegenden Erfindung die Stufe des Inkontaktbringens eines 2,3-Dihalogenpropanals mit wenigstens einer stöchiometrischen Menge von molekularem Wasserstoff in Anwesenheit eines Misch-Metallkatalysators von Iridium/zweitem Übergangsmetall und einem protischen oder einem aprotischen Lösungsmittel oder Mischungen hiervon, sowie wahlweise einer Stufe, bei welcher das Gemisch weiter einen Säurefänger enthält.

[0044] Stufe (4) ist die Umwandlung von 2,3-Dihalogenpropanol zu Epihalogenhydrin. Diese Stufe ist auf dem Fachgebiet zur Herstellung von Epihalogenhydrin wohlbekannt. Die Reaktion von Stufe (4) wird üblicherweise durch Inkontaktbringen des Dihalogenpropanols mit einer starken Base, wie einem wässrigen Alkalimetallhydroxid einschließlich beispielsweise Natriumhydroxid, durchgeführt. Beispiele der Reaktion der Stufe (4) sind im US-Patent 2 860 146 und in Wernli et al. (australisches Patent 630 238 (12. Februar 1993)) beschrieben.

[0045] Verfahren, welche die vorliegende Erfindung anwenden, können eine beliebige von einer oder mehreren der Stufen (1), (2) und (4) zusätzlich zu Stufe (3) enthalten. Sie enthalten bevorzugt die Stufen (2) und (3), mehr bevorzugt enthalten sie Stufen (2), (3) und (4) und am meisten bevorzugt enthalten sie die Stufen (1) bis (4).

[0046] Die folgenden Beispiele dienen lediglich erläuternden Zwecken. Falls nichts anderes angegeben ist, sind alle Angaben in Teilen und Prozentsätzen in Gewicht.

Beispiele 1 bis 3 und Vergleichsbeispiele A und B

Allgemeine Arbeitsweise

[0047] Heterogene Katalysatoren wurden durch Imprägnieren von Siliziumdioxid (Davison 57) mit wässrigen Lösungen von Metallsalz von $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ und einem der folgenden: $\text{RuCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{OsCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ oder $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, oder durch Imprägnieren von Siliziumdioxid mit Ethanollösungen von $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ und einem der folgenden: WCl_6 , MoCl_5 , VOCl_3 oder ReCl_3 hergestellt. Die Misch-Metallsysteme könnten durch Coimprägnieren oder durch Imprägnieren von einem Metallsalz (und Trocknen), gefolgt von dem anderen hergestellt werden. Die Katalysatoren werden an Luft getrocknet und dann unter Strömung von H_2/N_2 (5% Wasserstoff) bei 200°C vorreduziert. Die Katalysatoren werden dann in einer Handschuhbox mit Inertatmosphäre gelagert und gehandhabt.

[0048] Ein 300 ml Parr-Reaktorbehälter wurde mit einer Katalysatorladung beschickt, und der Reaktorbehälter wurde dreimal evakuiert und mit Stickstoff gespült. Eine Mischung von Lösungsmittel/2,3-Dichlorpropanal (DCP) wurde mit Stickstoffspülung entgast und zu dem Parr-Reaktor mittels einer Spritze zugesetzt. Der Reaktor wurde auf 250/20 psig (1,7 mPa/138 kPa) Stickstoff und 1000/20 psig (6,9 mPa/138 kPa) Wasserstoff unter Druck gesetzt und abgeblasen, dann unter 1000 psig (6,9 mPa) Wasserstoff gesetzt und auf 65°C bis 100°C erhitzt. Mittels Spritze wurden Proben nach Abblasen des Reaktors auf weniger als 15 psig (103 kPa) entfernt.

[0049] Proben wurden mittels Gaschromatographie (GC) unter Verwendung eines Gaschromatographen Hewlett Packard HP-5890, ausgerüstet mit einer 25 m Kapillarsäule HP-5 Ultra 2 mit aufgespaltener Injektion analysiert. Annähernd 120 µl des Reaktionsgemisches wurden in 5,0 ml Chloroform, welches eine bekannte Menge von Chlorbenzol als GC-Standard (typischerweise 0,05 Gew.-%) enthielt, aufgelöst. "Selektivität" ist als das Molverhältnis der gebildeten Menge von 2,3-Dihalogenpropanol zu der verbrauchten Menge von 2,3-Dihalogenpropanal definiert.

[0050] Ein Vergleich von Aktivität und Selektivität über zwei aufeinanderfolgende Ansatzzyklen für Katalysatoren von reinem Ruthenium/Siliziumdioxid, reinem Iridium/Siliziumdioxid und ausgewähltem Ruthenium/Iridium/Siliziumdioxid ist in der Tabelle I unten wiedergegeben. Die Fähigkeit der Katalysatoren von Ruthenium/Iridium zur Bereitstellung einer lang andauernden Hydrieraktivität mit hoher Selektivität, welche überlegen sowohl zu den Katalysatoren von reinem Ruthenium oder reinem Iridium ist, wird demonstriert.

[0051] Der Katalysator von reinem Iridium (Vergleichsbeispiel B) hatte gute Anfangsaktivität (79,3% Umwandlung in 30 Minuten) mit hoher Selektivität (größer als 99%), jedoch ist die Umwandlung für die zweite Charge (Versuch Nr. 2) schlecht (7,9% Umwandlung in 30 Minuten; 90% Verlust an Aktivität).

[0052] Der Katalysator von reinem Ruthenium (Vergleichsbeispiel A) zeigt stabile Leistungsfähigkeit während 2 Zyklen (Versuch #1 und Versuch Nr. 2) mit 20% Verlust an Aktivität, jedoch ist die Aktivität des Ruthenium-katalysators gering (24,7% bzw. 19,7% Umwandlung in 30 Minuten).

[0053] Die Kombination von Iridium und Rutheniummetall in Katalysatoren der vorliegenden Erfindung (Beispiele 1, 2 und 3) liefert in allen Fällen sehr gute Selektivität (größer als 90%) zu 2,3-Dihalogenpropanolen. Zusätzlich zeigen Katalysatoren der vorliegenden Erfindung Aktivitäten, welche in allen Fällen besser sind als die für reines Ruthenium beobachteten Selektivitäten (wenigstens größer als 47% gegenüber 24,7% und 19,7%); und der Verlust an Aktivität zwischen den Zyklen (Versuche Nr. 1 und Versuche Nr. 2) für die Katalysatoren der vorliegenden Erfindung sind besser im Vergleich zu dem Katalysator aus reinem Iridium (32%, 33%, 13%, sämtlich geringer als 90%).

[0054] Zusätzlich ist der Verlust an Aktivität für die Katalysatoren der vorliegenden Erfindung vergleichbar zu, sowie in Beispiel 3, besser als derjenige des Katalysators aus reinem Ruthenium (13%; weniger als 20%).

[0055] Tabelle I vergleicht ebenfalls Aktivität und Selektivität während zwei aufeinanderfolgenden Ansatzzyklen für andere Misch-Metallkatalysatoren von Iridium/Übergangsmetall. Während die Produktselektivität für alle Misch-Metallkatalysatoren von Iridium/Übergangsmetall hoch blieb, war die Anfangsaktivität (Versuch Nr. 1, Umwandlung nach 30 Minuten) in allen Fällen höher als bei dem Katalysator aus reinem Ruthenium (69, 80, 34, 95, 83, 41 und 79, alle größer als 24,7%). Mit der Ausnahme des Ir/Mn (94%) Katalysators war der Verlust an Aktivität aus Versuch Nr. 1 bis Versuch Nr. 2 geringer als er von dem Katalysator aus reinem Iridium gezeigt wurde (78, 15, 70, 69, 63 und 81, sämtlich geringer als 90% Verlust an Aktivität).

[0056] Tabelle II vergleicht die Aktivität und Selektivität während zwei aufeinanderfolgenden Ansatzzyklen für Misch-Metallkatalysatoren von 2% Iridium/0,5% Ruthenium auf verschiedenen Katalysatorträgermaterialien. Diese Beispiele erläutern, daß der Katalysatorträger einen signifikanten Einfluß auf die Anfangsaktivität, Selektivität und den Verlust der Katalysatoraktivität bei mehrfachen Ansatzzyklen haben kann.

Tabelle I

Beispiel ^{a)}	Vers.-Nr.	Katalysator-zusammen-setzung	g DCP ^{b)} /g Katalysator	Temperatur (°C)	Zeit (min)	Umwandlung (%)	Δ% Verlust an Aktivität	Selektivität (%)
Bsp. 1	1	2,0% Ru/ 0,5% Ir/Silizium-dioxid	2,52	85	30	68,9	32	92,3
	2	"	2,51	84	30	47,2		90,8
Bsp. 2	1	1,5% Ru/ 1,0% Ir/Siliziumdioxid	2,50	86	30	85,6		97,8
	2	"	2,49	84	30	57,2		94,2
Bsp. 3	1	0,5% Ru/ 2,0% Ir/Siliziumdioxid	2,50	84	30	100		98,6
	2	"	2,50	85			13	
Vergl. Bsp. A	1	2,5% Ru/ Silliziumdioxid	2,49	85	30	87,4		98,2
	2	"	2,50	85	30	24,7	20	90,9
Vergl. Bsp. B	1	2,5% Ir/ Silliziumdioxid	2,48	85	30	19,7		90,6
	2	"	2,50	86	30	79,3	90	>99
Bsp. 4	1	2,0% Ir/ 0,5% Fe/Silizium-dioxid	3,88	85	30	7,9		>99
	2	"	3,57	85	30	15		94

^{a)} Die Reaktionen wurden in einem 600 ml Parr-Reaktor aus Hastalloy C in Cyclohexan unter etwa 1000 psig H₂ (6,995 MPa) ablaufen gelassen.

^{b)} DCP = Dichlorpropanal.

Tabelle I - Fortsetzung

Beispiel ^a	Vers.-Nr.	Katalysator-zusammen-setzung	g DCP ^b /g Katalysator	Tempera-tur (°C)	Zeit (min)	Umwand-lung (%)	Δ% Ver-lust an Aktivität	Selekti-vitär (%)
Bsp. 5	1	2,0% Ir/ 0,5% Mo/Silizium-dioxid	4,36	85	30	80	15	98
	2	"	4,10	85	60	68		98
Bsp. 6	1	2,0% Ir/ 0,5% W/Silizium-dioxid	4,00	85	30	34	70	96
	2	"	4,00	85	60	10		85
Bsp. 7	1	2,0% Ir/ 0,5% Re/Silizium-dioxid	3,93	85	30	95	69	97
	2	"	4,01	85	30	29		90
Bsp. 8	1	2,0% Ir/ 0,5% V/Silizium-dioxid	4,11	85	30	83	63	97
	2	"	4,19	85	30			91
Bsp. 9	1	2,0% Ir/0,5% Mn	4,10	85	30	41,31	93,8	99
	2	"	4,10	85	30	2,57		>99
Bsp. 10	1	2,0% Ir/0,5% Os	4,10	85	30	78,67	80,6	>99
	2	"	4,10	85	30	15,23		>99

^{a)} Die Reaktionen wurden in einem 600 ml Parr-Reaktor aus Hastalloy C in Cyclohexan unter etwa 1000 psig H₂ (6,995 MPa) ablaufen gelassen.

Tabelle II

Beispiel ^a	Träger	Versuch Nr.	g DCP/g Katalysator	Zeit (min)	Temperatur (°C)	Umwandlung (%)	Selektivität (%)
11	Aluminiumoxid ^b	1	4,13	15	83	57,5	92,4
		"	4,13	15	86	40,0	21,8
12	Siliziumdioxid-Magnesiumoxid ^c	1	4,13	15	83	18,6	93,7
		"	4,13	15	85	4,4	95,7
13	Titaniertes Siliziumdioxid ^d	1	4,13	15	84	70	98,5
		"	4,13	15	87	25,1	100
14	Siliziumdioxid ^e	1	4,07	15	86	77,4	98,9
		"	4,07	15	87	54,4	98,2
15	Silyliertes Siliziumdioxid ^f	1	4,07	15	87	98,0	100
		"	4,07	16	85	56,1	100

^a Die Reaktionen wurden in einem 600 ml Parr-Reaktor aus Hastalloy C in Cyclohexan unter etwa 1000 psig H₂ (6,995 MPa) ablaufen gelassen.

^b Die Metallbeladung beträgt 2% Iridium/0,5% Ruthenium in allen Fällen.

^c Engelhard Aluminiumoxid 3952E

^d Grace Davison SMR 55-10384

^e Mit Titan modifiziertes Siliziumdioxid (0,6%) Davison 57

^f IST Isolute SI Siliziumdioxid

IST Isolute C2 (EC) Siliziumdioxid

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von 2,3-Dihalogenpropanol, umfassend die Stufe der Umsetzung von 2,3-Di-

halogenpropanal mit einem Hydriermittel in Anwesenheit eines Misch-Übergangsmetallkatalysators unter solchen Bedingungen, daß 2,3-Dihalogenpropanol gebildet wird, bei welchem der Misch-Übergangsmetallkatalysator ein Iridiummetall als ersten Übergangsmetall und wenigstens ein zweites Übergangsmetall, ausgewählt aus Ruthenium, Eisen, Molybdän, Wolfram, Rhenium, Osmium oder Vanadium, umfaßt, und bei welchem das Atomverhältnis von Iridiummetall zur dem zweiten Übergangsmetall von 0,02 bis 15 beträgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem das zweite Übergangsmetall Ruthenium ist.
3. Verfahren nach Anspruch 2, bei welchem das Atomverhältnis von Iridiummetall zu Rutheniummetall von 0,15 bis 8 beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 3, bei welchem das Atomverhältnis von Iridiummetall zu Rutheniummetall von 0,3 bis 2 beträgt.
5. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem der Katalysator ein heterogener Katalysator ist.
6. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem der Katalysator ein homogener Katalysator ist.
7. Verfahren nach Anspruch 5, bei welchem der Katalysator ein heterogener Katalysator ist, welcher das Iridiummetall und das zweite Übergangsmetall auf einem Trägermaterial abgelagert umfaßt.
8. Verfahren nach Anspruch 7, bei welchem das Trägermaterial ausgewählt ist aus Siliziumdioxid, silyliertem Siliziumdioxid, Kohlenstoff, Aluminiumoxid, Titanoxid, Zirkoniumdioxid, Magnesiumoxid, und Kombinationen hiervon.
9. Verfahren nach Anspruch 8, bei welchem das Trägermaterial silyliertes Siliziumdioxid ist.
10. Verfahren nach Anspruch 5, bei welchem der Katalysator ein Promotorion von einem Gruppe I Metall oder einem Übergangsmetall einschließt.
11. Verfahren nach Anspruch 10, bei welchem das Promotorion ausgewählt ist aus Li, Na, K, Cs, Fe, Mo, W, V, Mn, Os, Pt, Pd, Rh und Mischungen hiervon.
12. Verfahren nach Anspruch 11, bei welchem das Promotorion K ist.
13. Verfahren nach Anspruch 6, bei welchem der Katalysator weiter einen koordinierenden Liganden enthält.
14. Verfahren wie in Anspruch 1 beschrieben, bei welchem das Hydriermittel Wasserstoff ist.
15. Verfahren nach Anspruch 14, bei welchem die verbrauchte Menge von molekularem Wasserstoff zu Dihalogenpropanal wenigstens 0,75 : 1 ist.
16. Verfahren nach Anspruch 14, welches mit einem Wasserstoffpartialdruck von wenigstens 14 psia (97 kPa) durchgeführt wird.
17. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem das 2,3-Dihalogenpropanal ausgewählt wird aus 2,3-Dichlorpropanal, 2,3-Dibrompropanal, 2,3-Dichlor-2-methylpropanal, 2,3-Dibrom-2-methylpropanal und Mischungen hiervon.
18. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem das 2,3-Dihalogenpropanal unsubstituiertes 2,3-Dichlorpropanal ist und das gebildete 2,3-Dihalogenpropanol 2,3-Dichlorpropanol ist.
19. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem das 2,3-Dihalogenpropanal unsubstituiertes 2,3-Dibrompropanal ist und das gebildete 2,3-Dihalogenpropanol 2,3-Dibrompropanol ist.
20. Verfahren nach Anspruch 1, welches bei einer Temperatur von 0°C bis 200°C durchgeführt wird.
21. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem das Reaktionsgemisch weiter ein Lösungsmittel enthält.

22. Verfahren nach Anspruch 21, bei welchem das Lösungsmittel ausgewählt ist aus Wasser, Carbonsäuren, Phenolverbindungen, aliphatischen Alkoholen, aliphatischen und aromatischen Kohlenwasserstoffen, Carbonaten, Ethern, Glymen, Glykolethern, halogenierten Kohlenwasserstoffen oder Mischungen hiervon.

23. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem das Reaktionsgemisch weiter einen Säurefänger enthält.

24. Verfahren nach Anspruch 23, bei welchem der Säurefänger ausgewählt ist aus Alkalimetallkarbonaten, Alkalimetallbikarbonaten, Alkalimetallcarboxylaten, Ammonium- und Phosphoniumcarboxylaten, -bikarbonaten, -karbonaten, Epoxiden und Mischungen hiervon.

25. Verfahren nach Anspruch 24, bei welchem der Säurefänger Epichlorhydrin ist.

26. Verfahren nach Anspruch 1, umfassend die Stufe der Umsetzung von 2,3-Dihalogenpropanal mit wenigstens einer stöchiometrischen Menge von molekularem Wasserstoff in Anwesenheit des Misch-Übergangsmetallkatalysators und eines Lösungsmittels.

27. Verfahren zur Herstellung von Epihalogenhydrin, umfassend die Stufen von:

- (a) Reduzieren von 2,3-Dihalogenpropanal wie in Anspruch 1 beschrieben zur Bildung von 2,3-Dihalogenpropanol; und
- (b) Inkontaktbringen des 2,3-Dihalogenpropanols mit einer Base, wodurch ein Epihalogenhydrin gebildet wird.

28. Verfahren zur Herstellung von Epihalogenhydrin entsprechend Anspruch 27, umfassend weiter die Stufe von:

- (a) Halogenieren von Acrolein zur Herstellung von 2,3-Dihalogenpropanal.

29. Verfahren zur Herstellung von Epihalogenhydrin entsprechend Anspruch 27, umfassend weiter die Stufen von:

- (a) Umsetzen eines Kohlenwasserstoffes, der 3 Kohlenstoffatome enthält, mit einem Oxidationsmittel zur Bildung von Acrolein; und
- (b) Umsetzen von Acrolein mit einem molekularen Halogen zur Bildung von 2,3-Dihalogenpropanal.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen