201736331

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本 (11)公開編號：TW 201736331 A

(43)公開日： 中華民國 106 (2017) 年 10 月 16 日

(21)申請案號：106106594 (22)申請日： 中華民國 106 (2017) 年 03 月 01 日

(51)Int. Cl.： *C07C47/12 (2006.01)* *C07C45/49 (2006.01)*
B01J31/22 (2006.01) *B01J31/28 (2006.01)*

(30)優先權：2016/03/01 日本 2016-038623

(71)申請人：可樂麗股份有限公司 (日本) KURARAY CO., LTD. (JP)
日本

(72)發明人：鶴田拓大 TSURUTA, TAKUO (JP) ；源直也 MINAMOTO, NAOYA (JP) ；尾松俊宏 OMATSU, TOSHIHIRO (JP)

(74)代理人：丁國隆；黃政誠

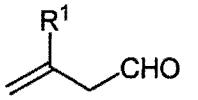
申請實體審查：無 申請專利範圍項數：4 項 圖式數：0 共 25 頁

(54)名稱

二醛化合物之製造方法

(57)摘要

一種在 3 位具有烷基之 1,5-戊二醛之製造方法，其包含將下述通式(1)所示之化合物氫甲醯化之步驟。



(1)

(式中，R^1 表示碳數 1 至 6 之烷基。)

201736331

發明摘要

※ 申請案號：106106594

※ 申請日： 106/03/01

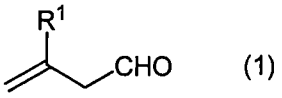
※IPC 分類：C07C 47/12 (2006.01)
C07C 45/49 (2006.01)
B01J 31/22 (2006.01)
B01J 31/28 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

二醛化合物之製造方法

【中文】

一種在 3 位具有烷基之 1,5-戊二醛之製造方法，其包含將下述通式(1)所示之化合物氫甲醯化之步驟。



(1)

(式中，R^1 表示碳數 1 至 6 之烷基。)

【英文】

無。

【代表圖】

【本案指定代表圖】：無。

【本代表圖之符號簡單說明】：

無。

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無。

發明專利說明書

（本說明書格式、順序，請勿任意更動）

【發明名稱】（中文/英文）

二醛化合物之製造方法

【技術領域】

【0001】本發明係有關於一種二醛化合物之製造方法。詳言之，係有關於一種在3位具有烷基之1,5-戊二醛之製造方法。

【先前技術】

【0002】就在3位具有烷基之1,5-戊二醛而言，已知有各種化合物。例如，3-甲基戊二醛(3-甲基-1,5-戊二醛，以下簡稱MGL)係一種有用於作爲感光材料用之硬化劑或皮革用鞣製劑、合成中間體的化合物(例如參照專利文獻1至3)。作爲MGL之製造方法，已知有將藉由巴豆醛與甲基乙烯基醚之狄爾士-阿德爾(Diels-Alder)反應而得的哌喃基醚水解之方法(參照非專利文獻1及2)。

先前技術文獻

專利文獻

【0003】

專利文獻1　日本特開平07-281342號公報

專利文獻2　德國專利發明第2137603號說明書

專利文獻3　日本特開2009-102244號公報

非專利文獻

【0004】

非專利文獻1　Organic Syntheses,Vol.34,p.29(1954)

非專利文獻2　Organic Syntheses,Vol.34,p.71(1954)

【發明內容】

發明所欲解決之課題

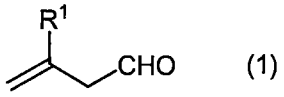
【0005】上述習知方法中，由巴豆醛與甲基乙烯基醚之狄爾士-阿德爾反應的反應性較低，需要高溫高壓之嚴峻條件，而且，反應時間長，生產性不充分，且 MGL 的產率偏低而言，尚有改善的空間。從而，本發明之目的在於提供一種在溫和的條件下產率良好地製造 MGL 等在 3 位具有烷基之 1,5-戊二醛之方法。

解決課題之手段

【0006】本發明係有關於下述[1]~[4]。

[1]一種下述通式(2)所示之二醛化合物(以下稱爲二醛化合物(2))之製造方法，其包含將下述通式(1)所示之醛化合物(以下稱爲醛化合物(1))氫甲醯化之步驟。

【0007】

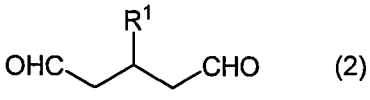


(1)

【0008】

(式中，R^1 表示碳數 1 至 6 之烷基。)

【0009】



(2)

【0010】

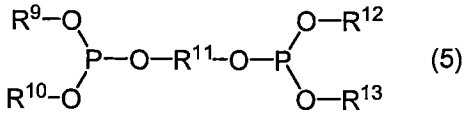
(式中，R^1 係如前述定義。)

[2]如[1]之製造方法，其係在第 8~10 族金屬化合物及配位基的存在下進行前述氫甲醯化。

[3]如[2]之製造方法，其中前述第 8~10 族金屬化合物爲銥化合物。

[4]如[2]或[3]之製造方法，其中前述配位基爲下述通式(5)所示之化合物：

【0011】



(5)

【0012】

(R^9、R^{10}、R^{12}、R^{13}分別獨立地表示可具有取代基之碳數 1~40 之烴基，R^9與 R^{10}、R^{12}與 R^{13}可彼此鍵結；R^{11}表示碳數 1~40 之可具有取代基的烴橋接基)。

發明之效果

【0013】根據本發明，可在溫和的條件下產率良好地製造於 3 位具有烷基之 1,5-戊二醛。

【圖式簡單說明】

無。

【實施方式】

實施發明之形態

【0014】於本發明中，係根據醛化合物(1)的氫甲醯化反應，來製造二醛化合物(2)。

醛化合物(1)由於在末端具有雙鍵，在金屬化合物存在下其一部分有可能異構化成內烯烴(internal olefin)(1)'。烯烴的異構化反應一般而言雖爲可逆反應，但若爲醛化合物(1)的異構化反應時，由於生成之內烯烴(1)'爲三取代烯烴且爲 α,β-不飽和羰基化合物，較爲

穩定，預期不易發生逆反應。在醛化合物(1)的氫甲醯化反應中由於有上述異構化反應所致之二醛化合物(2)的產率降低之疑慮，因此，通常不會想到將採用此反應的方法作爲二醛化合物(2)之製造方法刻意加以研究。然而，根據本案發明人等的探討判明，透過採用該反應，意外的是可在比習知方法更溫和的條件下產率良好地製造二醛化合物(2)。

【0015】在醛化合物(1)及二醛化合物(2)中，R^1所表示的碳數 1~6 之烷基可爲直鏈狀、分支狀或環狀，可舉出例如甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、三級丁基、正戊基、正己基、環丙基、環丁基、環戊基、甲基環戊基、環己基等。其中較佳爲甲基、乙基、正丙基，更佳爲甲基、乙基，由容易製造醛化合物(1)等而言，特佳爲甲基。

【0016】醛化合物(1)之製造方法無限制，可利用周知之方法來製造。例如 3-甲基-3-丁烯-1-醛可依循日本特表 2007-525522 號公報或國際公開第 2008/037693 號記載之方法，由異戊二烯醇來合成。

【0017】二醛化合物(2)可根據醛化合物(1)的氫甲醯化反應而得。

氫甲醯化反應可藉由在第 8~10 族金屬化合物及視需求在配位基的存在下，使醛化合物(1)與一氧化碳及氫反應來進行。

【0018】作爲上述第 8~10 族金屬化合物，可舉出例如銠化合物、鈷化合物、釕化合物、鐵化合物等。作爲

銠化合物，可舉出例如 $Rh(acac)(CO)_2$、$Rh(acac)_3$、$RhCl(CO)(PPh_3)_2$、$RhCl(PPh_3)_3$、$RhBr(CO)(PPh_3)_2$、$Rh_4(CO)_{12}$、$Rh_6(CO)_{16}$ 等。作爲鈷化合物，可舉出例如 $HCo(CO)_3$、$HCo(CO)_4$、$Co_2(CO)_8$、$HCo_3(CO)_9$ 等。作爲釕化合物，可舉出例如 $Ru(CO)_3(PPh_3)_2$、$RuCl_2(PPh_3)_3$、$RuCl_3(PPh_3)_3$、$Ru_3(CO)_{12}$ 等。又，作爲鐵化合物，可舉出例如 $Fe(CO)_5$、$Fe(CO)_4PPh_3$、$Fe(CO)_4(PPh_3)_2$ 等。此等當中，由容易選擇較爲溫和的反應條件而言較佳使用銠化合物，基於取得容易性觀點則特佳使用 $Rh(acac)(CO)_2$、$Rh(acac)_3$。

第 8~10 族金屬化合物的用量，按每升反應混合液以金屬原子換算較佳爲 0.0001~100 毫莫耳的範圍，更佳爲 0.005~10 毫莫耳的範圍。第 8~10 族金屬化合物的用量，按每升反應混合液以金屬原子換算若小於 0.0001 毫莫耳，有反應速度極緩慢的傾向；縱使超過 100 毫莫耳也無法獲得相應之效果，徒增觸媒成本。

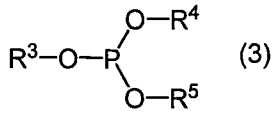
【0019】所用之配位基不特別限定，可使用向來周知者。作爲此種配位基之實例，可使用例如下述通式(3)~(5)所示之化合物、或亞磷胺(phosphoramidite)(國際公開第 2003/018192 號、國際公開第 2002/083695 號、國際公開第 2004/026803 號、國際公開第 2006/045597 號、國際公開第 2003/066642 號、國際公開第 2000/005641 號、國際公開第 1999/065606 號、國際公開第 1999/046044 號)、具有特定之交聯結構的亞磷酸酯(國際公開第 1995/000525 號、國際公開第 2001/058589 號)、具有特

定之取代基的膦(國際公開第 2003/053571 號、國際公開第 2003/053572 號、國際公開第 2009/059963 號、國際公開第 2000/069801 號)、磷雜苯(國際公開第 1997/046507 號、國際公開第 2000/055164 號)、具有特定之交聯結構的膦(國際公開第 2001/085661 號)等。

具體而言，可使用例如日本特表 2007-506691 號公報之 9~40 頁所記載之化合物。

配位基可分別單獨使用，亦可併用 2 種以上。

【0020】

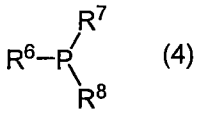


(3)

【0021】

(R^3~R^5 分別獨立地表示可具有取代基之碳數 1~24 之烴基，可彼此鍵結)。

【0022】

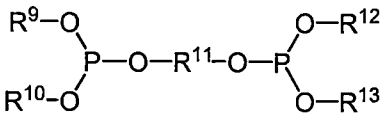


(4)

【0023】

(R^6~R^8 分別獨立地表示可具有取代基之碳數 1~24 之烴基，可彼此鍵結)。

【0024】



(5)

【0025】

(R^9、R^{10}、R^{12}、R^{13} 分別獨立地表示可具有取代基之碳數 1~40 之烴基，R^9 與 R^{10}、R^{12} 與 R^{13} 可彼此鍵結；R^{11} 表示碳數 1~40 之可具有取代基的烴橋接基)。

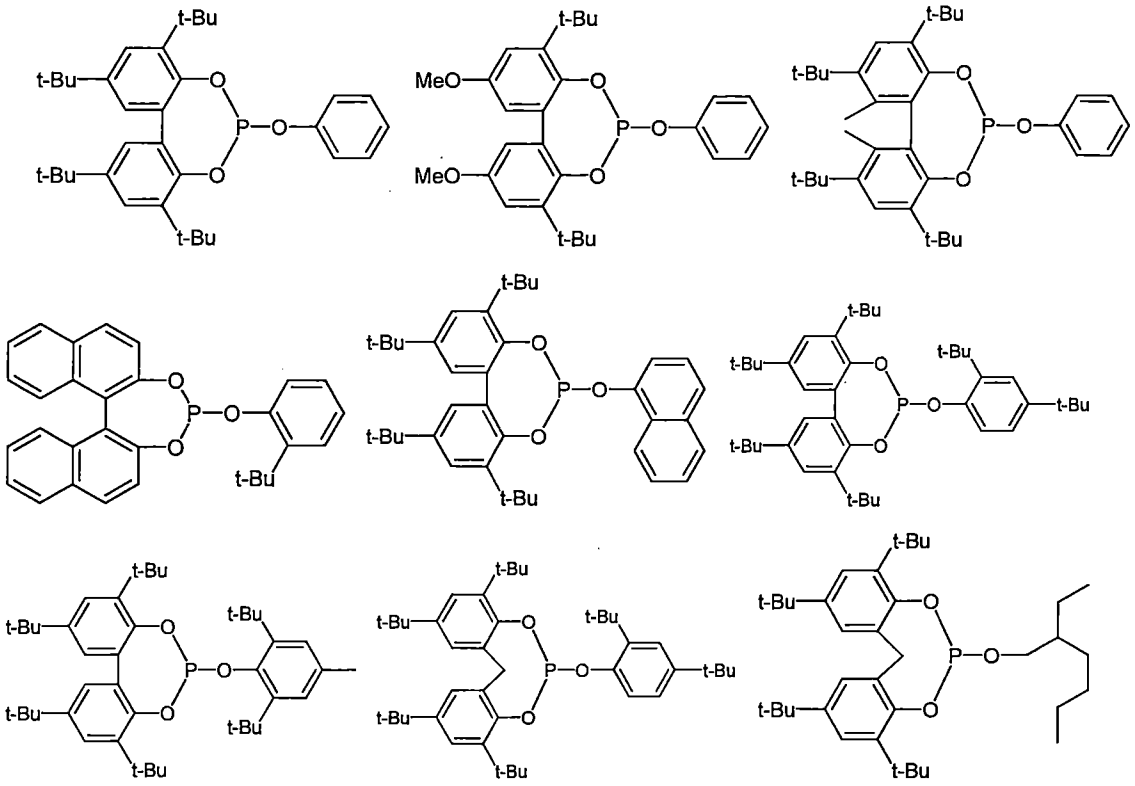
【0026】上述通式(3)及通式(4)中，R^3~R^8 所分別獨立地表示的可具有取代基之碳數1至24之烴基可爲直鏈狀、分支狀或環狀，可舉出例如甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、三級丁基、正戊基、環己基等的烷基；苯基、萘基、蒽基等的芳基等。其中較佳爲苯基、萘基。

【0027】就上述烴基而言，只要不妨礙氫甲醯化反應則亦可具有取代基，作爲所述取代基，可舉出例如烷基、芳基、烷氧基、矽烷基、胺基、醯基、羧基、醯氧基、醯胺基、$-SO_3M$(此處 M 表示無機或有機陽離子)等的離子性基、磺醯基、鹵素、硝基、氰基、氟烷基、羥基等。

【0028】作爲本發明中用作配位基的通式(3)所示之化合物，可舉出例如參(2-甲基苯基)亞磷酸酯、參(2,6-二甲基苯基)亞磷酸酯、參(2-異丙基苯基)亞磷酸酯、參(2-苯基苯基)亞磷酸酯、參(2-三級丁基苯基)亞磷酸酯、參(2-三級丁基-5-甲基苯基)亞磷酸酯、參(2,4-二-三級丁基苯基)亞磷酸酯、(2-三級丁基苯基)雙(2-甲基苯基)亞磷酸酯、雙(2-三級丁基苯基)(2-甲基苯基)亞磷酸酯等，但不限定於此等。其中，在工業上實施本發明方面較佳爲參(2-三級丁基苯基)亞磷酸酯、參(2-三級丁基-5-甲基苯基)亞磷酸酯、參(2,4-二-三級丁基苯基)亞磷酸酯。

【0029】又，以下舉出通式(3)中 R^3~R^5 彼此鍵結的化合物之具體例，但不限定於此等。

【0030】



【0031】作爲本發明中用作配位基的通式(4)所示之化合物，可舉出例如三苯基膦、參(4-甲基苯基)膦、參(4-甲氧基苯基)膦、參(4-氟苯基)膦、參(4-氯苯基)膦、參(二甲基胺基苯基)膦、二苯基丙基膦、三級丁基二苯基膦、正丁基二苯基膦、正己基二苯基膦、環己基二苯基膦、二環己基苯基膦、三環己基膦、三苯甲基膦、磺化三苯基膦、參(3-磺酸基苯基)膦及二苯基(3-磺酸基苯基)膦等的鹼金屬鹽及鹼土金屬鹽等，但不限定於此等。

【0032】通式(3)、(4)所示之化合物中，較佳爲電子參數(Electronic Parameter：ν-Values)爲 2065~2090cm^{-1}，且立體參數(Steric Parameter：θ-Values)包含於 135~190°

的範圍者。上述2種參數爲依循文獻[C.A.Tolman,Chem.Rev.,177,313(1977)]之記載所定義的值，電子參數係指以在二氯甲烷中測得之 $Ni(CO)_3L$(L爲磷配位基)之CO的A1紅外吸收光譜的振動數所定義的值；而立體參數則是指以在磷原子的中心至2.28埃的位置包圍位於磷所鍵結之基的最外側的原子之凡得瓦半徑的方式所描繪之圓錐的頂角所定義的值。

【0033】上述通式(5)中，R^9、R^{10}、R^{12}、R^{13}所分別獨立地表示的可具有取代基之碳數1~40之烴基可爲直鏈狀、分支狀或環狀，可舉出例如甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、三級丁基、正戊基、環己基等的烷基；苯基、萘基、蒽基等的芳基。其中較佳爲苯基、萘基。

【0034】就上述烴基而言，只要不妨礙氫甲醯化反應則亦可具有取代基，作爲所述取代基，可舉出例如烷基、芳基、烷氧基、矽烷基、胺基、醯基、羧基、醯氧基、醯胺基、$-SO_3M$(此處M表示無機或有機陽離子)等的離子性基、磺醯基、鹵素、硝基、氰基、氟烷基、羥基等。

【0035】作爲彼此鍵結的R^9與R^{10}、R^{12}與R^{13}、及R^{11}，可舉出例如伸烷基、伸環烷基、伸苯基、伸萘基、下述通式(6)所示之二價橋接基等。

【0036】

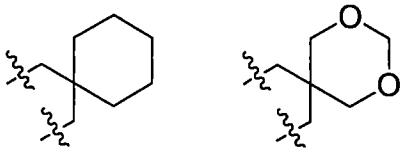
$$-R^{14}{}_m\text{-}Ar^1\text{-}(CH_2)_x\text{-}Q_p\text{-}(CH_2)_y\text{-}Ar^2\text{-}R^{15}{}_n- \qquad (6)$$

【0037】

(R^{14}、R^{15}分別獨立地表示可具有取代基之碳數 1~6 之伸烷基，Ar^1、Ar^2 分別獨立地表示可具有取代基之伸芳基，m、n、p、x、y 分別獨立地表示 0 或 1，Q 表示選自 $-CR^{16}R^{17}-$、-O-、-S-、$-NR^{18}-$、$-SiR^{19}R^{20}-$及-CO-的二價橋接基；R^{16}~R^{20} 分別獨立地表示氫、碳數 1~12 之可具有取代基之烷基、苯基、甲苯基、大茴香基(anisyl)任一者)。

【0038】作爲上述伸烷基，可舉出例如伸乙基、伸丙基(trimethylene)、伸丁基、伸戊基、下述式所示之基等。

【0039】



【0040】

(式中，波線表示鍵結部位)。

【0041】作爲上述伸環烷基，可舉出例如伸環丙基、1,2-伸環戊基、1,3-伸環戊基、1,2-伸環己基、1,3-伸環己基、1,4-伸環己基等。

作爲上述伸苯基，可舉出例如 1,2-伸苯基、1,3-伸苯基、1,4-伸苯基等。

作爲上述伸萘基，可舉出例如 1,2-伸萘基、1,8-伸萘基等。

【0042】彼此鍵結的 R^9 與 R^{10}、R^{12} 與 R^{13}、及 R^{11} 皆可具有取代基，作爲所述取代基，可舉出例如甲基、乙基、丙基、丁基、戊基等較佳爲碳數 1~5 之烷基；甲氧

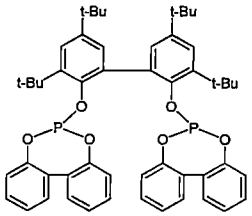
基、乙氧基、丙氧基、丁氧基等較佳爲碳數 1~4 之烷氧基；苯基、萘基等的芳基等。

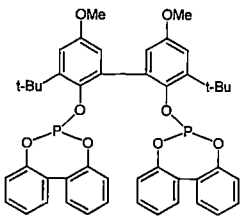
【0043】通式(6)中，作爲 R^{14}、R^{15} 所表示的可具有取代基之碳數 1~6 之伸烷基，可舉出例如伸乙基、伸正丙基、伸正丁基、伸正戊基、伸正己基、2-甲基-伸乙基、1,2-二甲基伸乙基、2-甲基伸正丙基、2,2-二甲基伸正丙基、3-甲基伸正戊基等。作爲 Ar^1、Ar^2 所表示的伸芳基，可舉出伸苯基、伸萘基、伸蒽基等。作爲 R^{16}~R^{20} 所表示的碳數 1~12 之可具有取代基之烷基，可舉出例如甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、三級丁基、正戊基、環己基。

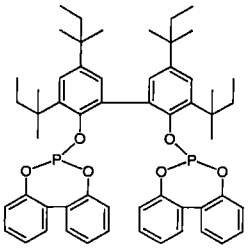
【0044】上述 R^{14}~R^{20} 及 Ar^1、Ar^2，只要不妨礙氫甲醯化反應則亦可具有取代基，作爲所述取代基，可舉出例如烷基、芳基、烷氧基、矽烷基、胺基、醯基、羧基、醯氧基、醯胺基、$-SO_3M$(此處 M 表示無機或有機陽離子)等的離子性基、磺醯基、鹵素、硝基、氰基、氟烷基、羥基等。

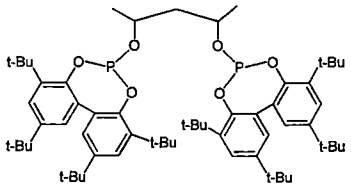
【0045】作爲通式(5)所示之化合物，可舉出例如以下所示化合物，但不限定於此等。

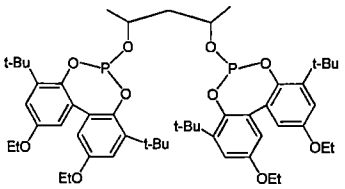
【0046】

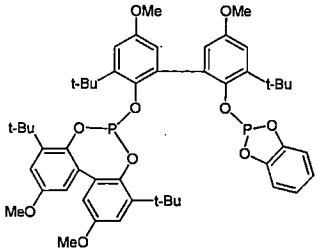

t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
O
O
P
O
O
P
O
O

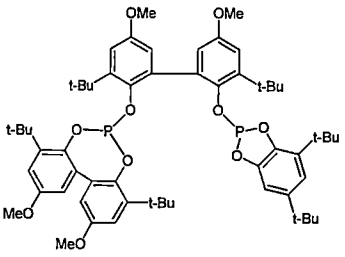

OMe
OMe
t-Bu
t-Bu
O
O
P
O
O
P
O
O

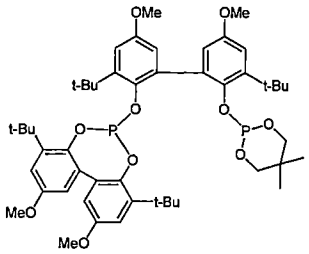

O
O
P
O
O
P
O
O

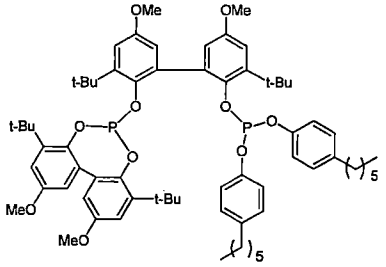

t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
O
O
P
O
O
P
O
O

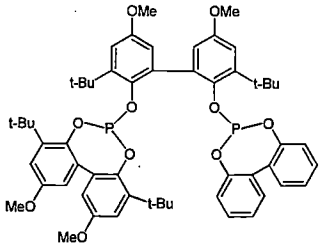

EtO
EtO
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
OEt
OEt
O
O
P
O
O
P
O
O

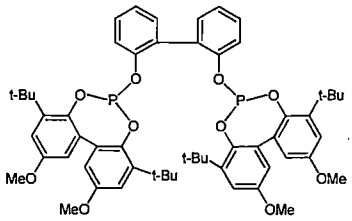

OMe
OMe
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
MeO
MeO
O
O
P
O
O
P
O
O


OMe
OMe
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
MeO
MeO
O
O
P
O
O
P
O
O

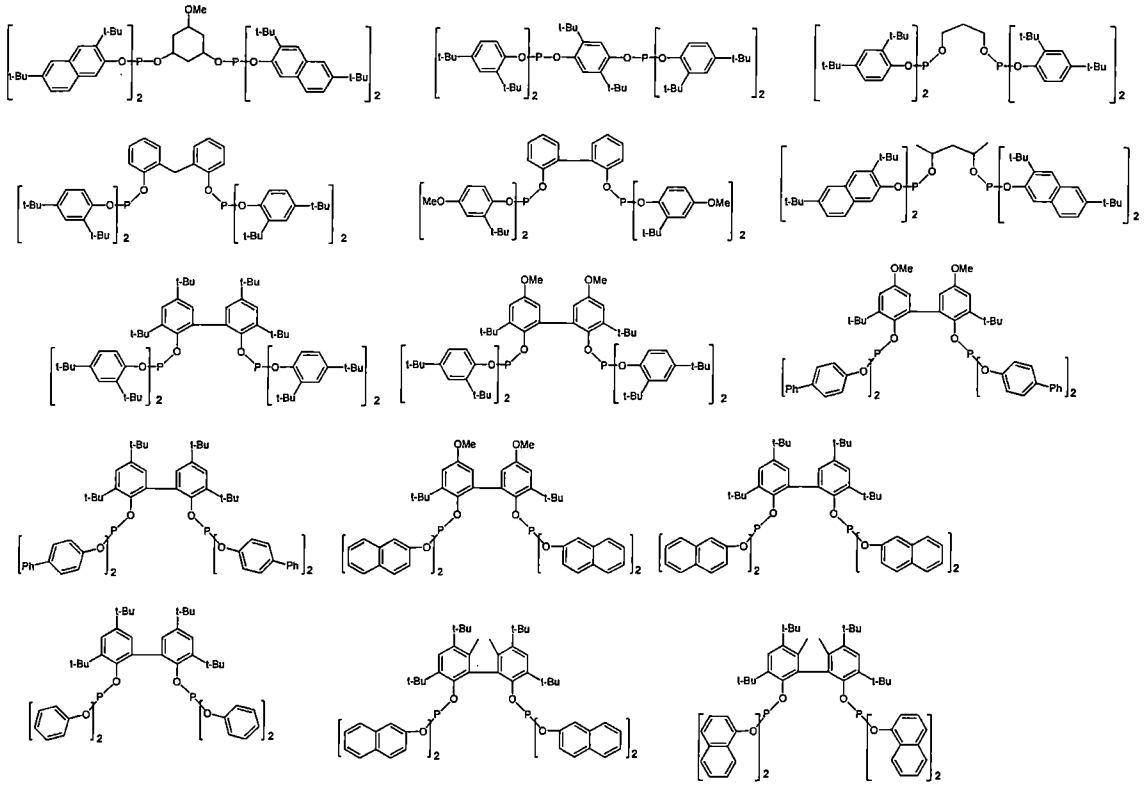

OMe
OMe
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
MeO
MeO
O
O
P
O
O
P
O
O


OMe
OMe
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
MeO
MeO
O
O
P
O
O
P
O
O
5
5

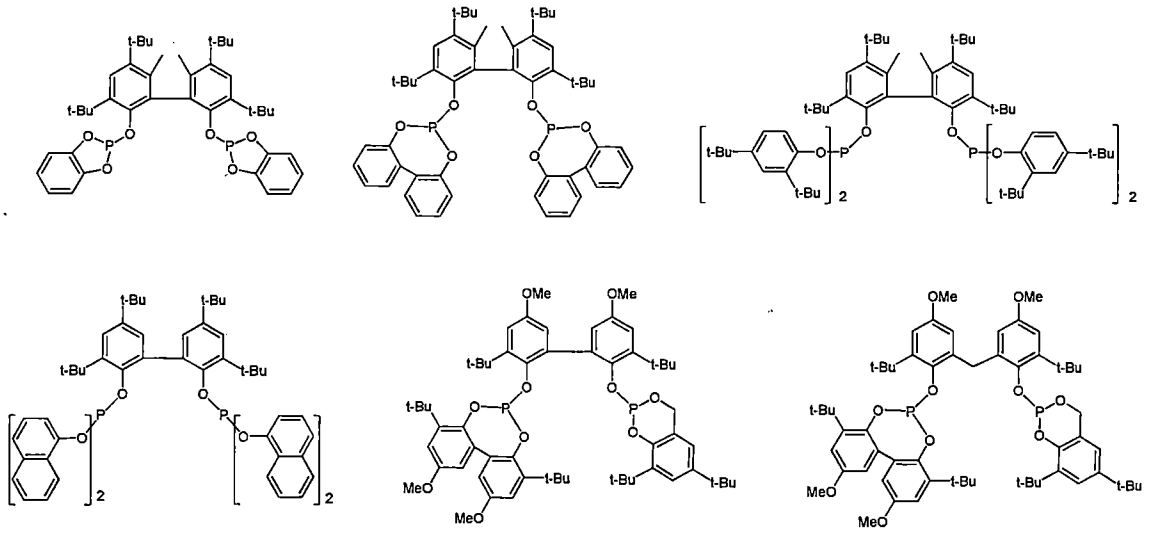

OMe
OMe
t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
MeO
MeO
O
O
P
O
O
P
O
O


t-Bu
t-Bu
t-Bu
t-Bu
MeO
MeO
OMe
OMe
O
O
P
O
O
P
O
O

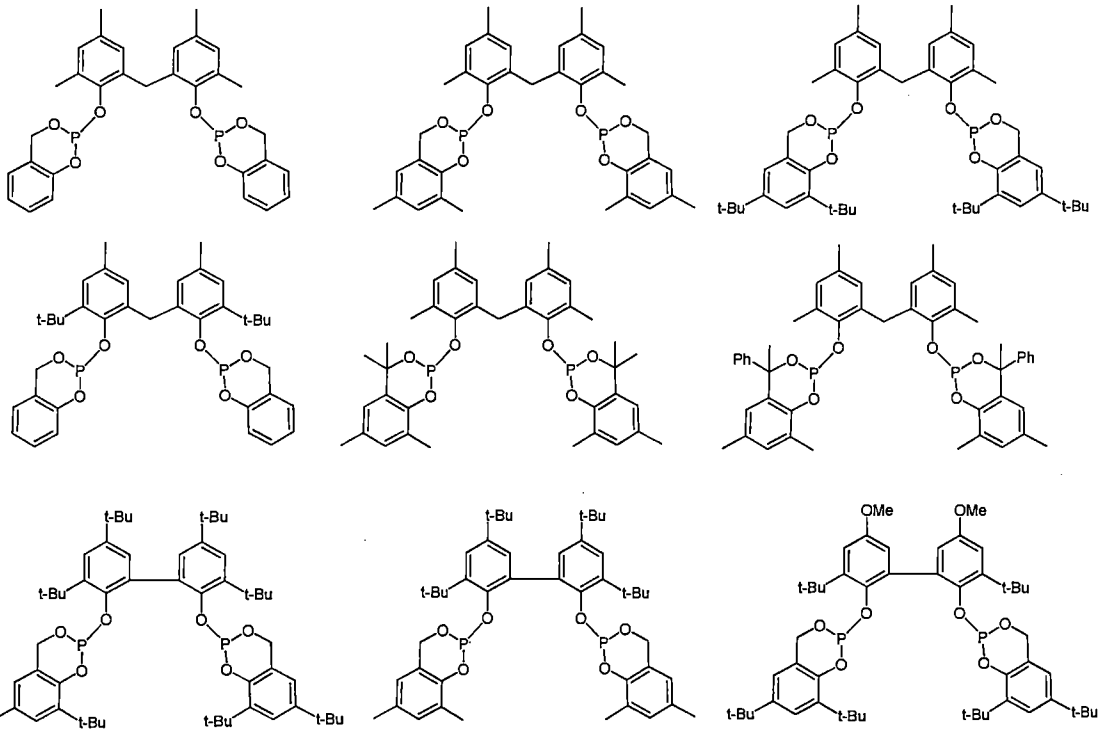
【0047】



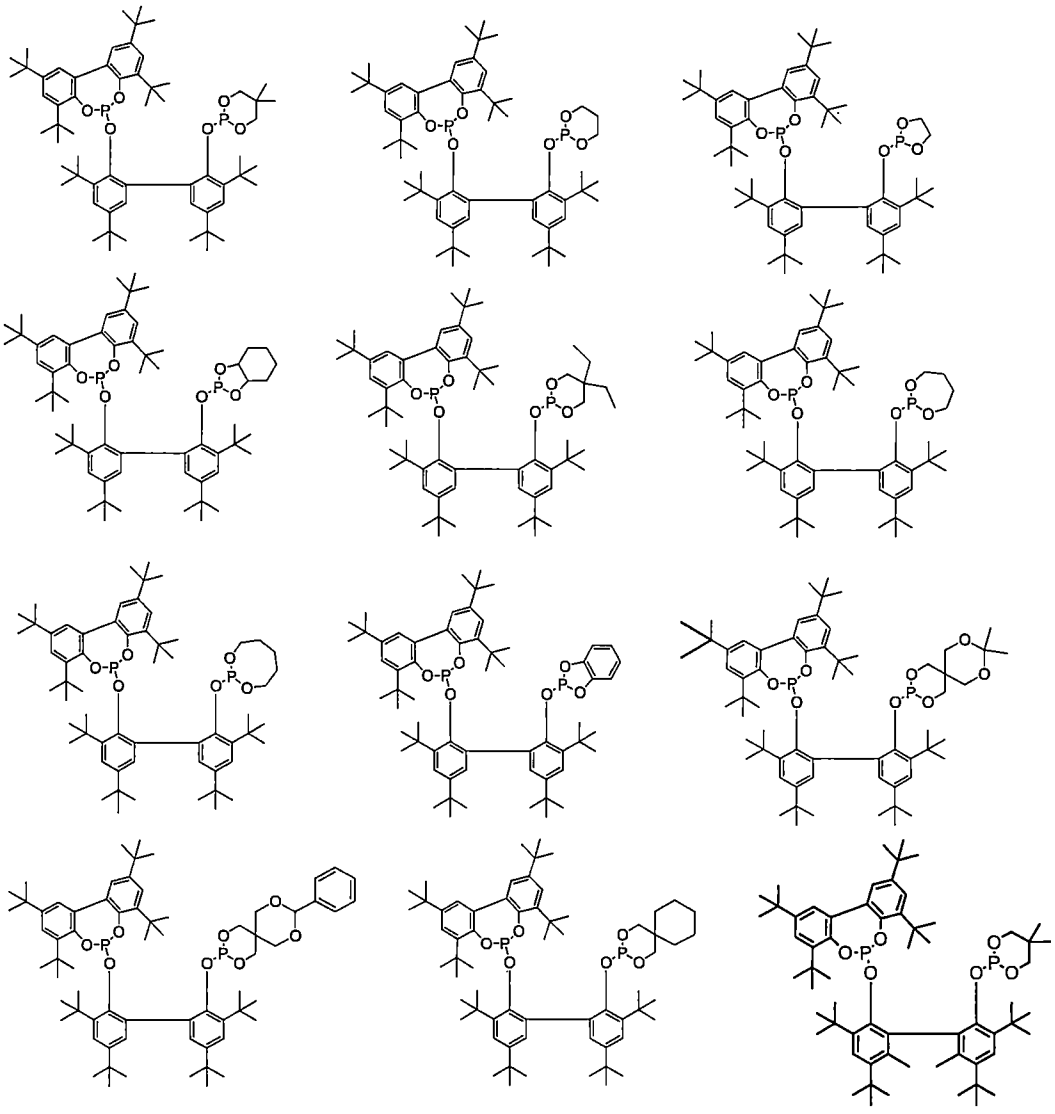
【0048】



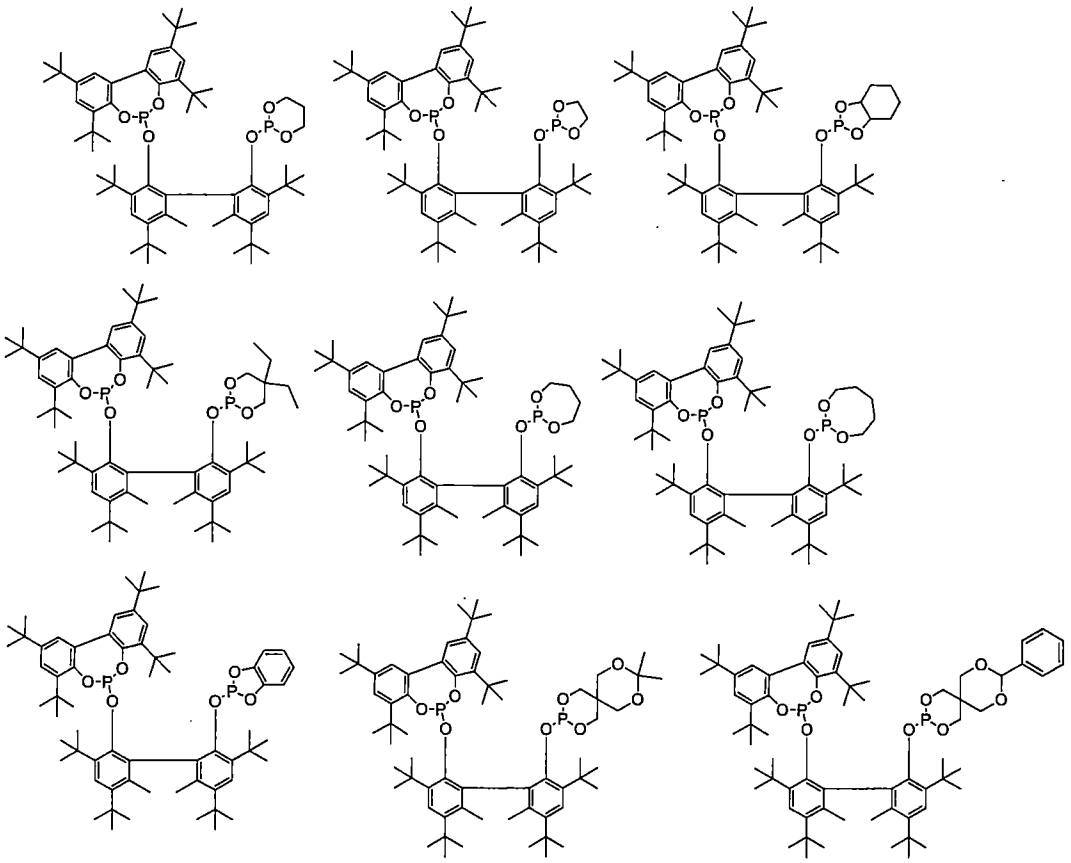
【0049】



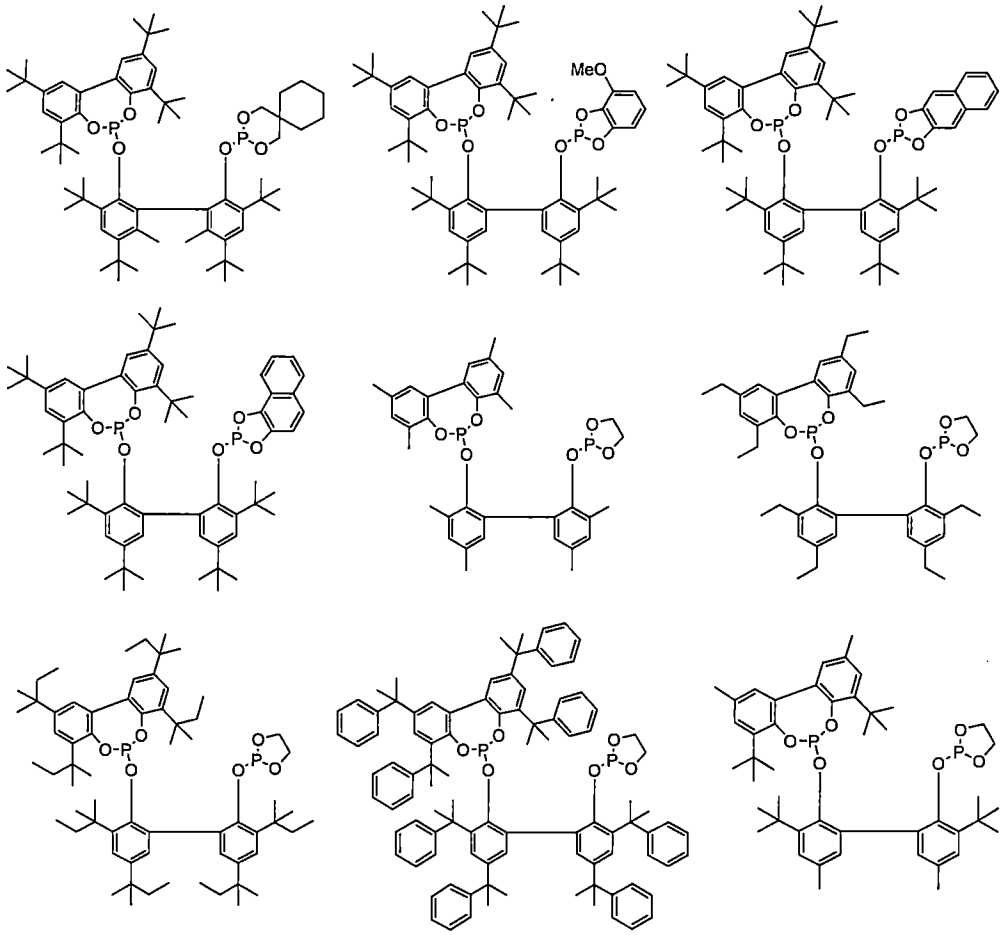
【0050】



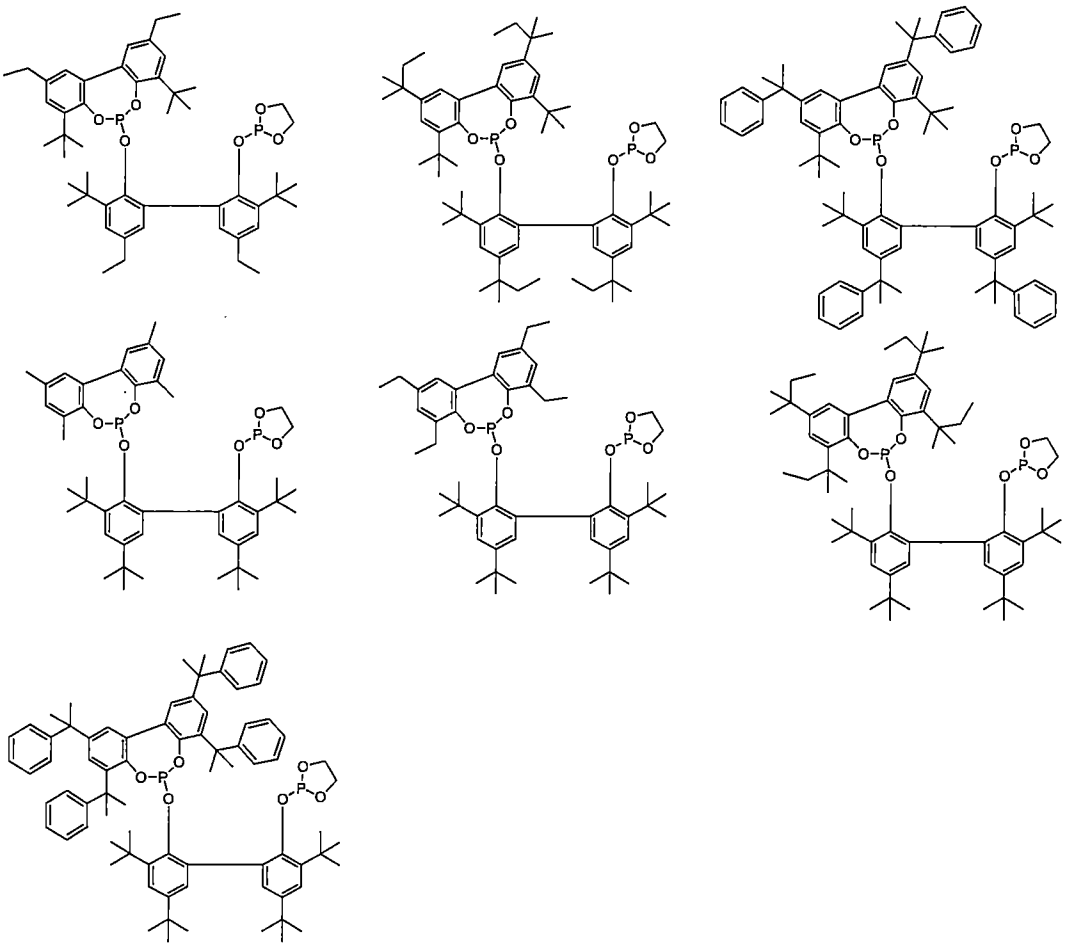
【0051】



【0052】



【0053】



【0054】上述配位基當中，基於提高二醛化合物(2)的產率觀點，較佳爲式(3)及式(5)所示之化合物。再者，基於反應速度觀點更佳爲式(3)所示之化合物，基於抑制副產物觀點則更佳爲式(5)所示之化合物。

【0055】配位基的用量無特別限制，相對於 1 莫耳之第 8~10 族金屬化合物中的金屬，以配位基中的配位性原子換算較佳爲 1~1000 莫耳的範圍，更佳爲 2~500 莫耳的範圍；基於反應速度觀點再更佳爲 3~200 莫耳的範圍。配位基的用量，相對於 1 莫耳之第 8~10 族金屬化合物中的金屬以配位基中的配位性原子換算若小於 1 莫耳時，會損及觸媒的穩定性；而超過 1000 莫耳時，則有反應速度變小的傾向。

【0056】氫甲醯化反應可在溶媒的存在下或不存在下進行。作爲所述溶媒，可舉出例如戊烷、己烷、庚烷、辛烷、壬烷、癸烷、環己烷等的飽和脂肪族烴；苯、甲苯、乙基苯、丙基苯、二甲苯、乙基甲苯等的芳香族烴；異丙醇、異丁醇、異戊醇、新戊二醇、乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,2-丁二醇、1,4-丁二醇、二乙二醇、三乙二醇等的醇；二甲醚、乙基甲基醚、二乙醚、二丙醚、丁基甲基醚、三級丁基甲基醚、二丁醚、乙基苯基醚、二苯基醚、四氫呋喃、1,4-二噁烷、二乙二醇二甲基醚、三乙二醇二甲基醚、四乙二醇二甲基醚等的醚；丙酮、乙基甲基酮、甲基異丙基酮、二乙基酮、乙基丙基酮、二丙基酮等的酮；等。此等溶媒可單獨使用 1 種，亦可併用 2 種以上。其中，基於觸媒的溶解性或在反應條件下的穩定性觀點，較佳爲芳香族烴，更佳爲甲苯、乙基苯、二甲苯。使用溶媒時，溶媒的用量無特別限制，相對於反應混合液全體，通常較佳爲 1~90 質量%的範圍。

【0057】氫甲醯化反應中的反應溫度較佳爲 40~170℃的範圍，基於抑制觸媒失活的觀點更佳爲 50~150℃的範圍。又，基於反應性、觸媒的穩定性觀點，反應壓力較佳爲 0.01~15MPa(表壓)的範圍，更佳爲 0.5~10MPa(表壓)的範圍。反應時間通常爲 0.5~20 小時的範圍，較佳爲 0.5~10 小時的範圍。

【0058】氫甲醯化反應的實施方法無特別限制，例如在一氧化碳：氫=1：1(莫耳比)之混合氣體的存在下，饋入醛化合物(1)，一面攪拌一面供給配位基、第 8~10 族

金屬化合物及溶媒的混合溶液，在既定溫度、既定壓力下使其反應既定時間。

一氧化碳：氫(莫耳比)較佳爲 0.01~50 的範圍，基於反應性、反應選擇率觀點則更佳爲 0.1~10。

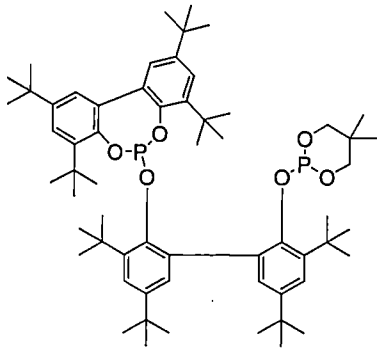
反應可使用攪拌型反應槽、循環型反應槽、氣泡塔型反應槽等，以批次方式或連續方式來進行。必要時，亦可由反應後的反應液回收未反應的醛化合物(1)，一面使其向反應器再循環一面實施之。連續方式能以單一反應器或串聯或者並聯的複數個反應器來實施。

【0059】二醛化合物(2)從根據上述方法所得之反應混合液的分離・純化方法無特別限制，可應用一般用於有機化合物之分離・純化的方法。例如，由反應混合液中於減壓下餾去溶媒或鹼性物質等之後，對殘留物在減壓下進行蒸餾，可取得高純度的二醛化合物(2)。又，於所述蒸餾前，亦可施予蒸發、萃取、吸附等方法來分離配位基及第 8~10 族金屬化合物。分離之配位基及第 8~10 族金屬化合物可再度使用於氫甲醯化反應。所得二醛化合物(2)，爲避免其形成多聚體，亦可視需求用水等溶媒加以稀釋而保存。

[實施例]

【0060】以下，根據實施例等具體地說明本發明，惟本發明不受以下各例任何限定。

【0061】



雙亞磷酸酯 A

【0062】

(實施例 1)

調製 50ml 甲苯中溶有 0.98g 之雙亞磷酸酯 A 及 13.2mg 之 $Rh(acac)(CO)_2$ 的溶液[銠原子：磷原子=1：20(莫耳比)]。對具備氣體導入口及採樣口的電磁攪拌式高壓釜，在氮氣環境下添加 28ml 甲苯、8ml 之 3-甲基-3-丁烯-1-醛及上述調製之觸媒液 4ml(反應系統內的銠化合物濃度：0.1mmol/L)，使高壓釜內以一氧化碳：氫=1：1(莫耳比)的混合氣體成爲 8MPa(表壓)後，一面攪拌一面將高壓釜內的溫度昇溫至 130℃，使其反應 6 小時。此外，反應中，係恆常供給一氧化碳：氫=1：1(莫耳比)的混合氣體，使反應系統內的壓力保持一定。以氣相層析法分析所得反應液的結果，3-甲基-3-丁烯-1-醛的轉化率爲 75.9%、MGL 的選擇率爲 66.1%。

【0063】

(實施例 2)

除使用 3.23g 的參(2,4-二-三級丁基苯基)亞磷酸酯(電子參數 2085.1cm^{-1}、立體參數 175°)來替代雙亞磷酸酯 A，並設爲[銠原子：磷原子=1：100(莫耳比)]及反應

時間設爲 3 小時以外，係與實施例 1 同樣地實施反應。3-甲基-3-丁烯-1-醛的轉化率爲 79.2%、MGL 的選擇率爲 41.0%。

【0064】

(實施例 3)

除使用 1.31g 的三苯基膦(電子參數 2069.1cm^{-1}、立體參數 145°)來替代雙亞磷酸酯 A，並設爲[銠原子：磷原子=1：100(莫耳比)]及反應時間設爲 4.5 小時以外，係與實施例 1 同樣地實施反應。3-甲基-3-丁烯-1-醛的轉化率爲 93.6%、MGL 的選擇率爲 34.1%。

[產業上可利用性]

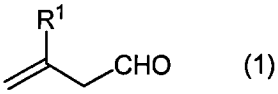
【0065】根據本發明，可在溫和的條件下產率良好地製造有用於作爲感光材料用之硬化劑或皮革用鞣製劑、合成中間體的在 3 位具有烷基之 1,5-戊二醛。

【符號說明】

無。

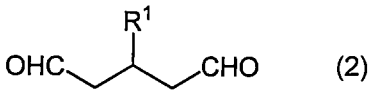
申請專利範圍

1.一種下述通式(2)所示之二醛化合物之製造方法，其包含將下述通式(1)所示之醛化合物氫甲醯化之步驟，



(1)

(式中，R^1表示碳數1至6之烷基)



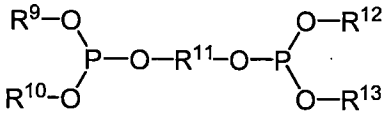
(2)

(式中，R^1係如前述定義)。

2.如請求項1之製造方法，其係在第8~10族金屬化合物及配位基的存在下進行前述氫甲醯化。

3.如請求項2之製造方法，其中前述第8~10族金屬化合物爲銠化合物。

4.如請求項2或3之製造方法，其中前述配位基爲下述通式(5)所示之化合物：



(5)

(R^9、R^{10}、R^{12}、R^{13}分別獨立地表示可具有取代基之碳數1~40之烴基，R^9與R^{10}、R^{12}與R^{13}可彼此鍵結；R^{11}表示碳數1~40之可具有取代基的烴橋接基)。