



(19) **UA** (11) **78 982** (13) **C2**
 (51)МПК

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
 УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
 ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: 20040806960, 20.01.2003

(24) Дата начала действия патента: 10.05.2007

(30) Приоритет: 24.01.2002 DE 102 02 837.0

(46) Дата публикации: 10.05.2007 C07C 41/00
 20070101CFI20070115RMUA B01J
 23/00 20070101CLI20070115RMUA
 B01J 23/72
 20070101CLI20070115RMUA B01J
 23/755 20070101CLI20070115RMUA
 B01J 23/885
 20070101ALI20070115RMUA B01J
 23/889 20070101ALI20070115RMUA
 C07B 61/00
 20070101CLI20070115RMUA C07C
 43/205 20070101ALI20070115RMUA

(86) Заявка PCT:
 PCT/EP03/00488, 20030120

(72) Изобретатель:

Боттке Нильс, DE,
 Фишер Рольф-Хартмут, DE,
 Ньобель Томас, DE,
 Рьош Маркус, DE

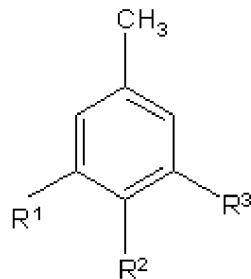
(73) Патентовладелец:

БАСФ АКЦИЕНГЕЗЕЛЬШАФТ, DE

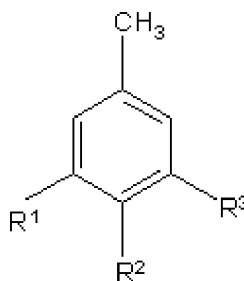
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПРОИЗВОДНЫХ ТОЛУОЛА

(57) Реферат:

Данное изобретение касается способа
 получения производных толуола общей формулы
 (I)



в которой R¹, R² и R³ независимо друг от друга
 являются водородом или C₁-C₆ алкокси.
 Указанные производные получают путем
 гидрирования бензальдегидов и/или бензиловых
 спиртов формулы (II)



IIa: X=CHO,
 X=CH[OC₁-C₆-алкил]₂,
 IIb: X=CH₂-OH,
 X=CH₂OC₁-C₆-алкил,

водородом в присутствии катализатора

Официальный бюллетень "Промышленная
 собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные
 модели, топографии интегральных микросхем",
 2007, N 6, 10.05.2007. Государственный
 департамент интеллектуальной собственности
 Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **78 982** (13) **C2**
(51) Int. Cl.

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: 20040806960, 20.01.2003

(24) Effective date for property rights: 10.05.2007

(30) Priority: 24.01.2002 DE 102 02 837.0

(46) Publication date: 10.05.2007C07C 41/00
20070101CFI20070115RMUA B01J
23/00 20070101CLI20070115RMUA
B01J 23/72
20070101CLI20070115RMUA B01J
23/755 20070101CLI20070115RMUA
B01J 23/885
20070101ALI20070115RMUA B01J
23/889 20070101ALI20070115RMUA
C07B 61/00
20070101CLI20070115RMUA C07C
43/205 20070101ALI20070115RMUA

(86) PCT application:
PCT/EP03/00488, 20030120

(72) Inventor:

Bottke Nils, DE,
Fischer Rolf-Hartmuth, DE,
Noebel Thomas, DE,
Roesh Markus, DE

(73) Proprietor:

BASF AKTIENGESELLSCHAFT, DE

(54) **METHOD FOR PRODUCING TOLUOL DERIVATIVES**

(57) Abstract:

The invention relates to a method for producing toluol derivatives of formula (I), in which R^1 , R^2 , and R^3 independently of one another represent hydrogen, halogen, C_1-C_6 alkyl, hydroxyl or C_1-C_6 alkoxy. Said derivatives are produced by the hydrogenation of benzaldehydes and/or benzyldcohols of formula (II), IIa: $X=CHO$ $X=CH [OC_1-C_6 \text{ alkyl}]_2$ IIb: $X=CH_2-OH$ $X=CH_2OC_1-C_6$

alkyl with hydrogen in the presence of a catalyst, which is defined in more detail in the description.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2007, N 6, 10.05.2007. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.

U A 7 8 9 8 2 C 2

U A 7 8 9 8 2 C 2



(19) **UA** (11) **78 982** (13) **C2**
(51)МПК

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВІНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
20040806960, 20.01.2003

(24) Дата набуття чинності: 10.05.2007

(30) Дані стосовно пріоритету відповідно до Паризької конвенції : 24.01.2002 DE 102 02 837.0

(46) Публікація відомостей про видачу патенту (деклараційного патенту): 10.05.2007С07С 41/00
20070101СFІ20070115RМUА В01J 23/00
20070101СLІ20070115RМUА В01J 23/72
20070101СLІ20070115RМUА В01J 23/755
20070101СLІ20070115RМUА В01J 23/885
20070101АLІ20070115RМUА В01J 23/889
20070101АLІ20070115RМUА С07В 61/00
20070101СLІ20070115RМUА С07С 43/205
20070101АLІ20070115RМUА

(86) Номер та дата подання міжнародної заявки відповідно до договору РСТ:
РСТ/ЕР03/00488, 20030120

(72) Винахідник(и):

Боттке Нільс , DE,
Фішер Рольф-Хартмут , DE,
Ньобель Томас , DE,
Рьош Маркус , DE

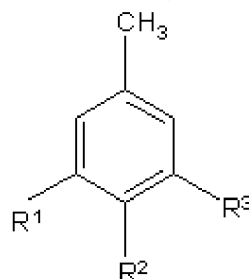
(73) Власник(и):

БАСФ АКЦІЄНГЕЗЕЛЬШАФТ, DE

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОХІДНИХ ТОЛУОЛУ

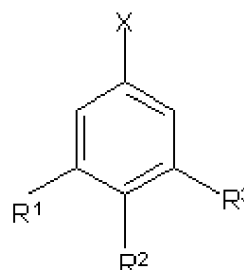
(57) Реферат:

Спосіб одержання похідних толуолу формули I



де R¹, R² та R³ незалежно один від одного означають гідроксил або С₁-С₆алкокси, шляхом

гідрування бензальдегідів та/або бензилових спиртів формули II

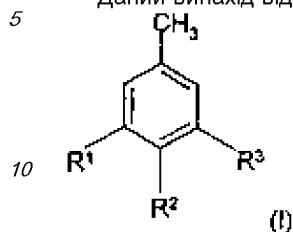


IIa: X=CHO,
X=CH[OC₁-C₆-алкіл]₂,
IIb: X=CH₂-OH,
X=CH₂OC₁-C₆-алкіл,

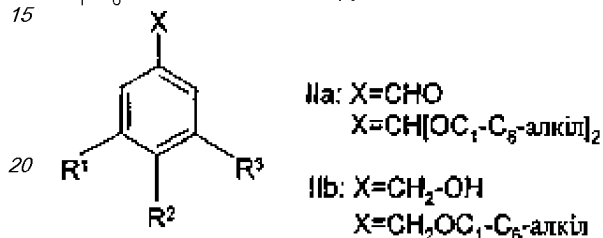
воднем у присутності каталізатора.

Опис винаходу

Даний винахід відноситься до способу одержання похідних толуолу формули I,



де R¹, R² та R³ позначають незалежно один від одного водень, галоген, C₁-C₆алкіл, гідроксил або C₁-C₆алкокси, шляхом гідрування бензальдегідів та/або бензилових спиртів формули II



воднем у присутності каталізаторів.

25 Каталітичне гідрування бензальдегідів або бензилових спиртів формули II з одержанням відповідних похідних толуолу формули I у принципі відомо з літературних джерел.

З публікації [Synthesis, тім 8 (1993), стор.799] відоме гідрування 3,4,5-триметоксибензальдегіду, розчиненого в оцтовій кислоті, у присутності 10% паладію на активному вугіллі з одержанням 3,4,5-триметокситолуолу.

30 Відповідно до публікації [Liebig Annalen der Chemie 1976, Heft 7/8, стор.1445] аналогічно гідрують бузковий альдегід (4-гідрокси-3,5-диметоксибензальдегід) у присутності 10% паладію на активному вугіллі також у крижаній оцтовій кислоті з одержанням 4-гідрокси-3,5-диметокситолуолу.

У публікації [Journal of American Chemical Society тім 79 від 1957, стор.179-184] описане гідрування 3,4,5-триметоксибензилового спирту в оцтовій кислоті у присутності 10% паладію на активному вугіллі.

35 Недоліком при всіх цих відомих способах є те, що вода, яка виникає при реакції, утворює з оцтовою кислотою корозійну суміш розчинників і що як каталізатор гідрування застосовується дорогий благородний метал.

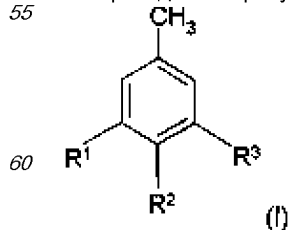
У заявці [EP 606072] описується гідрування бензальдегідів на формованому оксиді титану, який містить метал групи платини. Вихідні речовини застосовують тільки у 1%-ому водному або етанольному розчині і таким чином з високим розведенням. Гідрування проходить з малою конверсією і з дуже низькою селективністю. Як побічні продукти утворюються гідровані в кільці, відповідно, деметильовані бензоли.

40 Для гідрування п-метоксибензилових спиртів у п-метокситолуол застосовують відповідно до публікації [J. Org. Chem., 1949, 14, стор.1089] каталізатори на основі хроміту міді і як розчинник метанол. Безпосереднє перетворення п-метоксибензилового спирту на п-метокситолуол у загальному згадано, однак не підтверджено прикладами виконання. Недоліком цього способу є застосування каталізаторів, які містять хром.

45 Гідрування бензилових спиртів описано в публікації [Chem. Eur. J. (2000), 6 (2), стор.313-320]. Тут застосовуються дорогі каталізатори на благородних металах, такі, як родій на вугіллі або родій на носії з Al₂O₃, які до того ж містять високу частку гідрованих у кільці продуктів.

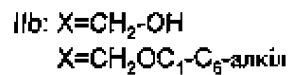
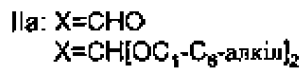
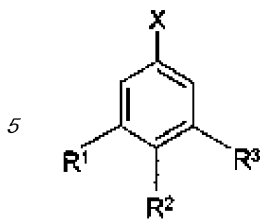
50 Задача винаходу полягає в розробці способу одержання заміщених сполук толуолу з високим виходом і високою селективністю, який не має вищенаведених недоліків. При цьому можна уникати застосування дорогих каталізаторів на благородних металах, каталізаторів, які містять хром, і корозійних розчинників. Побічні реакції, такі як гідрування у кільці з одержанням похідних циклогексану, декарбонілювання альдегідної функції або відщеплення замісників, таких як алкокси або галоген на фенільному кільці, повинні по можливості цілком виключатися.

Ця задача вирішується способом одержання похідних толуолу формули I,



де R¹, R² та R³ незалежно один від одного позначають водень, галоген, C₁-C₆-алкіл, гідроксил або C₁-C₆алкокси, шляхом гідрування бензальдегідів та/або бензилових спиртів формули II

65



воднем у присутності каталізатора, який відрізняється тим, що каталізатор має такий склад:

10 (а) щонайменше, один метал та/або щонайменше, один оксид, гідроксид або сіль металу, обраного з групи, яка включає нікель, кобальт та мідь;

(b) від 0 до 50мас.% одного або декількох металів та/або одного або декількох оксидів, гідроксидів або солей металу, обраного з групи, яка включає платину, родій, залізо, срібло, молібден, вольфрам, марганець, реній, цинк, кадмій, свинець, алюміній, цирконій, олово, фосфор, кремній, миш'як, сурму, вісмут, титан та рідкісноземельні метали, а також

(c) від 0 до 5мас.% оксиду, гідроксиду або солі лужного або лужноземельного металу, причому сума компонентів від (а) до (с), якщо додатково не застосовується носій, складає 100мас.%.
 Одна можлива форма виконання каталізатора містить:

20 (а) від 40 до 99мас.%, у перерахуванні на суму компонентів (а)-(с), одного або декількох металів та/або одного або декількох оксидів, гідроксидів або солей металу, обраного з групи, яка включає кобальт, нікель та мідь;

(b) від 0,1 до 40мас.%, у перерахуванні на суму компонентів (а)-(с), одного або декількох металів та/або оксидів, гідроксидів або солей металу, обраного з групи, яка включає платину, родій, залізо, срібло, молібден, вольфрам, марганець, реній, цинк, кадмій, свинець, алюміній, цирконій, олово, фосфат, кремній, миш'як, сурму, вісмут та рідкісноземельні метали, а також

(c) від 0,05 до 5мас.%, у перерахуванні на суму компонентів (а)-(с), одного або декількох оксидів, гідроксидів або солей лужного або лужноземельного металу.

Нижче описуються кращі приклади виконання, причому перевага віддається окремому компоненту, а також комбінації різних компонентів. Приведені нижче кількісні дані відносяться до суми компонентів (а)-(с).

30 Наявний у разі потреби носій у цих даних не врахований.

Кращими каталізаторами є такі, у яких компонент (а) складає від 5 до 100мас.%. Особливо кращі каталізатори, які містять компонент (а) у кількості від 40 до 99мас.%.
 Далі кращі каталізатори, у яких компонент (b) міститься в кількості від 0 до 50мас.% і, зокрема, від 1 до 40мас.%.
 Кращі каталізатори містять як компонент (b), щонайменше, один оксид, гідроксид або сіль металу, обраного з групи, яка включає платину, родій, залізо, срібло, молібден, вольфрам, марганець, реній, цинк, кадмій, свинець, алюміній, цирконій, олово, фосфор, кремній, миш'як, сурму, вісмут та рідкісноземельні метали.
 Особливо кращі каталізатори містять як компонент (b), щонайменше, один оксид, гідроксид або сіль металу, обраного з групи, яка включає алюміній, кремній, цирконій, молібден, марганець та фосфор.
 Як компонент (с) у каталізаторах відповідно до винаходу застосовують переважно оксиди або солі лужних або лужноземельних металів, обраних із групи, яка включає літій, калій, цезій, магній та кальцій і, особливо переважно натрій.
 Як вихідні речовини можуть застосовуватися, зокрема, окремо або в якості суміші сполуки формул Ia та IIb, у яких від R^1 до R^3 мають вищенаведені значення і R^4 позначає водень або алкіл. У деяких випадках перевагу дає застосування альдегідів формули IIa у формі їх ацеталей. Ацетали можуть бути отримані з альдегідів IIa за допомогою взаємодії з C_1-C_6 спиртом відомим з літературних джерел способом.

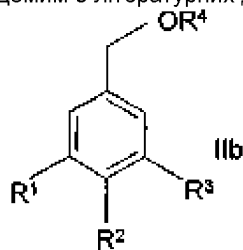
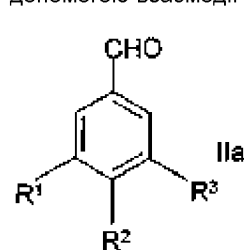
35

Кращі каталізатори містять як компонент (b), щонайменше, один оксид, гідроксид або сіль металу, обраного з групи, яка включає платину, родій, залізо, срібло, молібден, вольфрам, марганець, реній, цинк, кадмій, свинець, алюміній, цирконій, олово, фосфор, кремній, миш'як, сурму, вісмут та рідкісноземельні метали.

Особливо кращі каталізатори містять як компонент (b), щонайменше, один оксид, гідроксид або сіль металу, обраного з групи, яка включає алюміній, кремній, цирконій, молібден, марганець та фосфор.

40 Як компонент (с) у каталізаторах відповідно до винаходу застосовують переважно оксиди або солі лужних або лужноземельних металів, обраних із групи, яка включає літій, калій, цезій, магній та кальцій і, особливо переважно натрій.

Як вихідні речовини можуть застосовуватися, зокрема, окремо або в якості суміші сполуки формул Ia та IIb, у яких від R^1 до R^3 мають вищенаведені значення і R^4 позначає водень або алкіл. У деяких випадках перевагу дає застосування альдегідів формули IIa у формі їх ацеталей. Ацетали можуть бути отримані з альдегідів IIa за допомогою взаємодії з C_1-C_6 спиртом відомим з літературних джерел способом.



55 Каталізатори можуть застосовуватися як гомогенні каталізатори в розчиненій формі або ж як гетерогенні каталізатори. При гетерогенних каталізаторах мова може йти про каталізатори на носії, цільні каталізатори або каталізатори Ренея, які застосовуються в нерухомій (стаціонарній), суспендованій або псевдозрідженій (флюїдизованій) формі. Як матеріал носія придатні, наприклад, такі оксиди, як оксид алюмінію, оксид кремнію, алюмосилікати, оксид лантану, діоксид титану, діоксид цирконію, оксид магнію та цеоліти, а також активоване вугілля або їхні суміші.

60 Одержання гетерогенних каталізаторів здійснюють, як правило, таким чином, що осаджують попередні продукти компонентів (а), у разі потреби, разом з попередніми продуктами компонентів (b) (промотерами) та/або, у разі потреби, з попередніми продуктами компонентів (с) у присутності або при відсутності матеріалів носія (у залежності від бажаного типу каталізатора), отриманий у такий спосіб форконттакт у разі потреби переробляють у джугти або гранулят, сушать і потім кальцинують. Каталізатори на носії в загальному одержують

таким чином, що, носій просочують розчином компонентів (а) і, у випадку необхідності, компонентів (b) та/або (с), причому окремі компоненти можуть подаватися одночасно або послідовно, або ж компоненти (а) і, у разі потреби, компоненти (b) та/або (с) нап里斯ують на носій відомими методами. Якщо це необхідно, при одержанні каталізаторів застосовують зв'язувальні агенти.

Як попередні продукти компонентів (а) придатні, як правило, добре розчинні солі вищенаведених металів, такі, як нітрати, хлориди, ацетати і сульфати, переважно нітрати.

Як попередні продукти компонентів (b) придатні, як правило, добре розчинні солі або комплексні солі вищенаведених металів, такі, як нітрати, хлориди, ацетати, формиати та сульфати, переважно нітрати.

Як попередні продукти компонентів (с) придатні, як правило, добре розчинні солі вищенаведених лужних або лужноземельних металів, такі, як гідроксиди, карбонати, нітрати, ацетати, формиати та сульфати, переважно гідроксиди та карбонати.

Осадження здійснюють у загальному з водних розчинів, на вибір додаванням агентів осаження, зміною значення рН або зміною температури.

Звичайно отриману в такий спосіб каталізаторну масу попередньо сушать при температурі в інтервалі від 80 до 150°C, переважно, від 80 до 120°C.

Кальцинування проводять звичайно при температурі від 150 до 500 °C, переважно, від 200 до 450°C, у газовому потоці з повітря або азоту.

У разі потреби поверхню каталізатора пасивують, що звичайно здійснюють при температурі в інтервалі від 20 до 80°C, переважно, від 25 до 35°C за допомогою сумішей кисню й азоту, таких, як повітря.

Отриману кальциновану і, у разі потреби, пасивовану каталізаторну масу піддають впливу відновлювальної атмосфери (активування), наприклад, при температурі від 100 до 500°C, переважно, від 150 до 400°C, протягом від 2 до 60 годин піддають впливу газового потоку, який містить вільний водень. Газовий потік складається переважно з водню в кількості від 20 до 100об.% та інертного газу, такого, як азот, у кількості від 0 до 50об.%.

З кращого активування каталізатора безпосередньо в реакторі синтезу впливають економічні переваги проведення способу. Каталізатори відповідно до винаходу відрізняються високою активністю і дозволяють одержання високої продуктивності при практично повній конверсії.

Гідрування може проводитися переривчасто або ж безупинно. При безупинному веденні процесу можна працювати в кубі або в режимі плівкового зрошення, у газовій або рідкій фазі.

Вихідні речовини формул IIa та IIb можуть бути отримані за допомогою відомих з вищенаведених публікацій способів.

Сполуки IIa та IIb можуть гідруватися в речовині, наприклад, у газовій фазі або як розплав. У деяких випадках дає перевагу додавання розчинника.

Як розчинник придатні такі, котрі мають достатню здатність розчинення для вихідних речовин II та цільових продуктів I і які в умовах гідрування є стабільними. Прикладами подібних розчинників є прості ефіри, такі, як тетрагідрофуран, діоксан, тетрагідропіран, простий поліетиленглікольдіалкіловий ефір або простий поліетиленгліколь-моноалкіловий ефір, вода, спирти, такі, як метанол, етанол, трет-бутанол, циклогексанол, алкілбензоли, такі, як толуол або ксилол, феноли, такі, як бенкاتهїн, резорцин, гідрохінон, пірогалол або прості алкілові ефіри цих фенолів. Можуть застосовуватися також і суміші цих розчинників.

Кращими розчинниками є тетрагідрофуран, діоксан, тетрагідропіран, простий поліетиленглікольдіалкіловий ефір, поліетиленглікольмоноалкіловий ефір, алкілбензоли, вода та спирти або суміші цих сполук. Особливо придатні прості ефіри або суміші простих ефірів з водою, зокрема, метанол та суміші метанолу з водою.

Наприклад, гідрують від 1 до 60мас.%-вий розчин вихідної сполуки II у приведених розчинниках.

При одній кращій формі виконання гідрування проводять у газовій фазі без застосування розчинника.

Гідрування здійснюють при температурі на вибір від 20 до 280 °C і при тиску на вибір від 1 до 300бар, переважно при температурі від 100 до 260°C і тиску від 20 до 250бар.

Водень, який застосовують для гідрування, у загальному використовують у більш високому стехіометричному надлишку по відношенню до вихідної сполуки II. Його можна подавати в реакцію як циркуляційний газ. Водень у загальному застосовується технічно чистим. Домішки інертних газів, наприклад, азоту, не заважають протіканню реакції.

Сполуки формули I, які одержують гідруванням відповідно до винаходу, являють собою прекрасні проміжні продукти, які можуть застосовуватися для одержання фармацевтичних продуктів, тонких хімікатів і засобів захисту рослин. Нижче винахід пояснюється за допомогою прикладів виконання. Зазначені у відсотках значення позначають масові відсотки.

Приклади каталізаторів відповідно до винаходу:

Каталізатор А: 60мас.% CuO; 40мас.% Al₂O₃,

Каталізатор В: 65,4мас.% CoO; 20,2мас.% CuO; 8,3мас.% Mn₃O₄; 3,5мас.% MoO₃; 2,4мас.% P₂O₅; 0,2мас.% Na₂O;

Каталізатор С: 74,0мас.% NiO; 2,2мас.% MoO₃; 23,8мас.% CuO; на ZrO₂ у якості носія;

Каталізатор D: 77,7мас.% NiO, 13,6мас.% SiO₂, 5,8мас.% Al₂O₃, 4,7мас.% ZrO₂

Активування каталізатора А

У реакторі, який обігривається за допомогою електрики, нагрівають 50г каталізатора А, через який пропускають потік азоту в кількості 100нл/год., починаючи з температури 250°C. Протягом наступних 12 годин до потоку азоту домішують 5нл/год. водню. Протягом наступних 5 годин азот замінюють чистим воднем.

Активування каталізаторів В, С та D при нормальному тиску

Після заповнення реактора, який обігрівається за допомогою електрики, ємністю 1л каталізатором при потоці азоту у 300л/год. підвищують температуру, виходячи з кімнатної температури, щогодини на 20°C до досягнення температури у 290°C. Протягом 6 годин потік азоту заміняють воднем. Для цього щогодини частку водню підвищують на 50л/год. і одночасно частку азоту знижують на 50л/год. Коли досягається подача водню у 300л/год. температуру реакції підвищують до 300-310°C і протягом 48 годин її зберігають при подачі водню у кількості 300л/год. Каталізатор після охолодження демонтують під аргоном та зберігають під простим тетраетилглікольдиметилловим ефіром.

Одержання похідних толуолу формули I

Приклад 1

Гідрування 3,4,5-триметоксибензальдегіду у газовій фазі на мідних каталізаторах

Реакцію проводять у газозфазній апаратурі, яка складається з випарника, реактора і конденсатора. Вихідну сполуку випаровують у протитечії водню у випарнику на кільцях Рашига. Насичений вихідною сполукою потік водню приводять до реакції на вже попередньо активованому каталізаторі. Потім газові потоки попадають у конденсатор, з якого можуть бути випущені рідкі продукти. Тиск водню в апаратурі гідрування під час реакції складає 1бар.

На кільцях Рашига у протитечії водню за кожну годину випаровується 4,5г 3,4,5-триметоксибензальдегіду та при температурі в 260°C пару пропускають через 50г попереднього каталізатора А. Співвідношення водню та вихідного продукту (моль/моль) складає близько 4:1. При конверсії у 94% досягають селективності у 85%.

Приклад 2

Гідрування 3,4,5-триметоксибензальдегіду в рідкій фазі на нікелевому каталізаторі

У реактор, який працює під тиском, об'ємом 300мл подають 1г каталізатора D у корзиночній вставці та змішують з 10г 3,4,5-триметоксибензальдегіду у 100г метанолу. Гідрування проводять за допомогою чистого водню при постійному тиску біля 200бар і при температурі 180°C. Гідрування проводять доти, поки більше не поглинається вода. Після цього реактор дроселюють. Конверсія альдегіду складає 100%. Вихід бажаного похідного толуолу складає близько 91% при перерахуванні на загальну кількість альдегіду, яку використовують.

Приклад 3

Гідрування 3,4,5-триметоксибензальдегіду в рідкій фазі на кобальтових каталізаторах

Аналогічно прикладу 2 10г 3,4,5-триметоксибензальдегіду, розчиненого у 100г тетрагідрофурану, гідрують на 1г каталізатора В. Конверсія альдегіду складає 100%. Вихід бажаного похідного толуолу складає близько 96% при перерахуванні на загальну кількість альдегіду, який застосовують.

Приклад 4

Гідрування розплаву 3,4,5-триметоксибензальдегіду у рідкій фазі

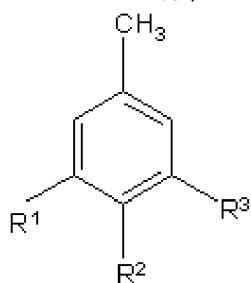
Аналогічно прикладу 2 гідрують 10г 3,4,5-триметоксибензальдегіду без розчинника на 1г каталізатора С. Конверсія альдегіду складає 100%. Вихід бажаного похідного толуолу складає близько 94%, при перерахуванні на загальну кількість альдегіду, який застосовують.

Формула винаходу

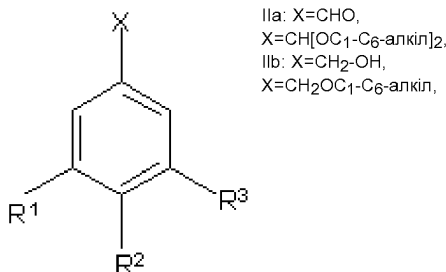
(21) 20040806960

(57)

1. Спосіб одержання похідних толуолу формули I



де R¹, R² та R³ незалежно один від одного означають гідроксил або C₁-C₆алкокси, шляхом гідрування бензальдегідів та/або бензилових спиртів формули II



воднем у присутності каталізатора, який відрізняється тим, що каталізатор має наступний склад:

(а) щонайменше один метал та/або щонайменше один оксид, гідроксид або сіль металу, вибраного з групи, яка включає нікель, кобальт та мідь.

2. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що каталізатор додатково містить:

(b) від 0 до 50 мас. % одного або декількох металів та/або одного або декількох оксидів, гідроксидів або солей металу, вибраного з групи, яка включає платину, родій, залізо, срібло, молібден, вольфрам, марганець, рений, цинк, кадмій, свинець, алюміній, цирконій, олово, фосфор, кремній, миш'як, сурму, вісмут, титан та рідкісноземельні метали, а також

(c) від 0 до 5 мас. % оксиду, гідроксиду або солі лужного або лужноземельного металу, причому сума компонентів від (а) до (с), якщо додатково не використовують носій, складає 100 мас. %.

3. Спосіб за п. 2, який відрізняється тим, що компонент (а) складає від 40 до 99 мас. % від суми компонентів від (а) до (с).

4. Спосіб за будь-яким з пп. 2 або 3, який відрізняється тим, що компонент (b) складає від 1 до 40 мас. % від суми компонентів від (а) до (с).

5. Спосіб за будь-яким з пп. 2-4, який відрізняється тим, що компонент (с) складає від 0,05 до 5 мас. % від суми компонентів від (а) до (с).

6. Спосіб за будь-яким з пп. 1-5, який відрізняється тим, що гідрування проводять у розчиннику.

7. Спосіб за п. 6, який відрізняється тим, що як розчинник використовують простий ефір, алкілбензол, воду або спирт або суміш цих розчинників.

8. Спосіб за будь-яким з пп. 1-5, який відрізняється тим, що гідрування проводять у газовій фазі.

9. Спосіб за будь-яким з пп. 1-5, який відрізняється тим, що гідрування проводять у розплаві сполуки формули II.

10. Спосіб за будь-яким з пп. 1-5, який відрізняється тим, що гідрування проводять при тиску від 20 до 250 бар та при температурі від 100 до 260 °C .

11. Спосіб за будь-яким з пп. 1-10, який відрізняється тим, що похідною толуолу формули I є 3,4,5-триметокситолуол.

Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2007, N 6, 10.05.2007. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.