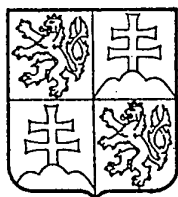


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÝ ÚRAD
PRE VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍU

274 049

(21) PV 6604-89.H
(22) Prihlášené 22 11 89

(40) Zverejnené 14 08 90
(45) Vydané 01 06 92

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 07 C 209/36

(75) Autor vynálezu MACHO VENDELÍN prof. ing. DrSc. člen korešpondent SAV,
PARTIZÁNSKE

(54) Spôsob karbonylačnej redukcie organických
nitrozlúčenín

(57) Karbonylačná redukcia organických nitrozlúčenín hľadne na organické amínoslúčeniny sa uskutočňuje plynom obsahujúcim oxid uhoľnatý a s vodou, pri teplote 50 až 300 °C (100 až 200 °C), tlaku 0,1 až 30 MPa (5 až 20 MPa) za katalytického účinku systému pozostávajúceho z 0,1 až 20 (5 až 10) % hmot. nitrozlúčeniny síry alebo jej zlúčenín, 0,01 až 5 (0,1 až 2) % hmot. hydroxidu alebo alkoxidu alkalického kovu a 0,005 až 7 % hmot. oxidu vanádu (V_2O_5) a/alebo kyslíka (O_2 , O , peroxidy).

Vynález sa týka spôsobu karbonylačnej redukcie organických nitrozlúčenín hlavne na odpovedajúce amíny oxidom uhoľnatým a vodou, za katalytického účinku systému na základe síry a jej zlúčenín.

Dávno je známa redukcia aromatických nitrozlúčenín alkalickými sírnikmi, polysulfidmi i hydrogénsulfidom, ako aj redukcia zinkom v alkalickom i v kyslom prostredí, ako aj železom za prítomnosti elektrolytov (Hrušovský M. a iní: Organická technológia a petrochémiá. Slovenská vysoká škola technická v Bratislave, Chemickotechnologická fakulta (1983)). Tieto postupy si však vyžadujú značné, najmenej stechiometrické množstvá redukčných činidiel. Priemyselný spôsob hydrogenácie nitrobenzénu na anilín na medenom alebo meďnatom-nikelnatom katalyzátore je však nevhodný na hydrogenáciu teplotne labilnejších nitrozlúčenín a vyžaduje si vysokočistý vodík.

Známa je tiež redukcia aromatických nitrozlúčenín komplexami prechodných kovov, najmä platiny, paládia, ródia, kobaltu, medi a molybdénu (Izakovič E. N., Chidekeľ M. L.: Usp. chim. 57, 758 (1988); Izakovič a iní: Izv. AN SSSR ser. chim. 1982, s. 1517; Murthy N. V. a iní: J. Indian Chem. Soc. 60, 524 (1983); Das P. K. a i.: tamtiež 56, 651 (1979); Ito K.: Inorg. Chem. 22, 2872 (1983); Baker E. N. a iní: J. Chem. Soc. A 1970, s. 400; Strutz J., Hopf E.: Chem. Eng. Techn. 60, 1988, s. 297). Ich nedostatkom je však potreba stechiometrických množstiev komplexov prechodných kovov. Avšak zaujímavá je redukcia molekulovým vodíkom, katalyzovaná pentakyanidom kobaltu, pričom vo vodnom a vodno-alkoholickom prostredí dokonca pri teplote blízkej teplote miestnosti vzniká z nitrobenzénu azobenzén (Ogata M. a iní: Science (Jap.) 19, 232 (1949); Kwiatek J. a iní: J. Am. Chem. Soc. 84, 304 (1962); USA pat. 3 205 217), z nitrobenzénu a o-nitroanizolu zasa zmes azo- a hydrazozlúčenín (Kwiatok J. a iní: Adv. Chem. Ser. 37, 201 (1963)) a pri zvýšenom tlaku vodíka zmes amínu a azozlúčeniny. Aktívnejšími a selektívnejšími katalyzátormi sú komplexy platiny a paládia. Za pomerne miernych podmienok sa nitrobenzén so selektivitou 98 % hydrogenuje na anilín (Nazarova N. M. a iní: Izv. AN SSSR seria chim. 1981, s. 1500). Zasa na síru obsahujúcich komplexoch rénia sa pri teplote 95 °C a tlaku vodíka 0,1 - 4 MPa nitrobenzén a nitrotolúén hydrogenujú na odpovedajúci anilín a toluidín (Belousov V. M. a iní: React. Kinet. Cadal. Lett. 21, 371 (1982); tamtiež 24, 271 (1984).

Zaujímavé sú aj biochemické, či biotechnologické spôsoby redukcie, ako β-nitrostyrénu na deriváty fenyletylamínu (Ježo I., Zemek J.: Chem. papers 41, 1987, s. 91) pôsobením kvasinkového kmeňa *Candida albicans*, p-nitroacetofenónu na 1-(4-amínofenyl)etanol pôsobením pekárenského droždía a nitroderiváty benzo-2,1,3-tiadiazolu sa redukujú na aminoderiváty účinkom *E. coli* (Davidenko I. I. a iní: Chim. - farm. ž. 18, 1984, s. 467). Reakčné rýchlosti sú však pomerne nízke a pracuje sa so značne zriedenými roztokmi.

V ostatnom období sa skúmajú klastery paládia, platiny, ako Pd₅(PPh)₂ (Dorfman Ja. A. a iní: Izv. AN SSSR ser. chem. 1979, s. 2157; Pitman C. U. a iní: J. Organometal. Chem. 178, 43 (1979)). Ide však o technicky náročné katalyzátory a navyše si vyžadujú dostatočne rafinované suroviny. Podobne zaujímavá, ale pre priemysel málo príťažlivá je redukcia bórhydridmi alkalických kovov, ako napr. redukcia nitrobenzénu na anilín systémom CuCl₂ + NaBH₄ (Satoh I. a iní: Chem. Ind. 1970, 1625). Zapotreby sú však stechiometrické množstvá bórhydridov. Naproti tomu známa je aj katalytická redukcia syntéznym plynom, pričom katalytickú aktivitu prejavujú karbonyly prechodných kovov, konkrétne RH₄(CO)₁₂ a Co₂(CO)₈ v benzéne alebo v zmesi benzénu s alkoholom pri teplote 120 °C a tlaku syntézneho plynu (CO : H₂ = 1 : 1). Tak redukcia nitrozlúčenín na amíny PhNO₂ + 2CO + 2H₂ → PhNH₂ + 2CO₂ prebieha s výťažkom 94 - 100 % (Takesada M. a iní: Bull. Chem. Soc. Japan 43, 2192 (1970); Murabashi a iní: tamtiež 33, 78 (1960)). Účinnými katalyzátormi sú tiež komplexy ruténia Ru₃(CO)₁₂ a Ru(CO)₃(PPh₃)₂ za prítomnosti kokatalyzátora - trietylamóniumchloridu (Cenini S. a iní: Chem. Commun. 1983, s. 1286). Tieto postupy si však vyžadujú hlboko rafinovaný syntézný plyn a technicky ťažko dostupné katalyzátory. Nevýhody ťažko dostupných katalyzátorov na báze vzácnych kovov má aj redukcia aromatických nitrozlúčenín alkoholmi a navyše sa dosahujú nízke výťažky amínov (Watanabe Y. a iní: Chem. Lett. 1981, s. 1067).

Príťažlivá je však katalytická redukcia aromatických nitrozlúčenín účinkom oxidu uhoľnatého a vody, kde donórom vodíka je voda: $\text{PhNO}_2 + 3\text{CO} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{PhNH}_2 + 3\text{CO}_2$. Tak karbo-nylové komplexy ródia $\text{Rh}_6(\text{CO})_{16}$ a $[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{Cl}]_2$ pri 150 °C a tlaku oxidu uhoľnatého 5 - 12 MPa katalyzujú redukciu nitrobenzénu na anilín s výťažkom 85 - 95 % (Iqbal A. F.: Chem. Techn. 9, 566 (1974)). Optimálnym katalytickým systémom sa javí $\text{Rh}_6(\text{CO})_{16}$ - 2-aminopyridín, ktorý dokonca umožňuje redukovať nitrobenzén pri teplote 80 °C a tlaku oxidu uhoľnatého 0,1 MPa (Kaneda K. a iní: J. Mol. Catal. 12, 385 (1981)). K ďalším aktívnym katalyzátorom patria karbonyly $\text{Rh}_6(\text{CO})_{16}$, $\text{Os}_2(\text{CO})_{12}$, $\text{H}_2\text{Os}(\text{CO})_{10}$, $\text{H}_4\text{Os}_4(\text{CO})_{12}$, $\text{Ir}_3(\text{CO})_{12}$, $\text{Pd}_3(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)_4$, $\text{Pd}_{10}(\text{CO})_{12}(\text{PPh}_3)_6$ ako aj komplex platiny $\text{PtCl}_2(\text{PPh}_3)_2$ za prítomnosti lewisovských kyselín ako ZnCl_2 , SnCl_2 , SnCl_4 (Watanabe Y. a iní: Tetrahedron Lett. Tetrahedron Lett. 24, 4121 (1983); Bull. Chem. Soc. Jap. 57, 2867 (1984)). Nevýhodou je potreba vysokočistého oxidu uhoľnatého a technická náročnosť prípravy a regenerácie katalyzátorov.

Uvedené problémy v značnej miere rieši spôsob prípravy primárnych aromatických amínov katalytickou reduktívnou karbonyláciou nitrozlúčenín oxidom uhoľnatým a vodou za katalytic-kého účinku viaczožkového katalytického systému podľa PV 1406 - 89.

Napriek evidentným prednostiam, nedostatkom je mnohokomponentnosť a najmä značná spotreba alkalickéj soli slabej karboxylovej kyseliny C_1 až C_6 ako komponentu kataly-tického systému.

Avšak podľa tohto vynálezu sa spôsob karbonylačnej redukcie organických nitrozlúčenín hlavne na organické amínoslúčeniny plynom obsahujúcim oxid uhoľnatý a vodou, za katalytic-kého účinku systému obsahujúceho síru a/alebo najmenej jednu zlúčeninu síry, v množstve 0,1 až 20 % hmot., počítané na organické nitrozlúčeniny a 0,005 až 7 % hmot. oxidu vanádu počítané taktiež na organické nitrozlúčeniny a/alebo kyslíka, pri teplote 50 až 300 °C a tlaku 0,1 až 30 MPa, spravidla za prítomnosti aspoň čiastočne vodorozpustného rozpúšťadla uskutočňuje tak, že do reakčného prostredia sa jednorázove alebo po častiach pridá ako kom-ponent katalytického systému 0,01 až 5 % hmot. počítané na nitrozlúčeniny hydroxidu alka-lického kovu a/alebo alkoxidu alkalického kovu, v ktorom alkyl je C_1 až C_3 .

Výhodou spôsobu podľa tohto vynálezu je nízka spotreba hydroxidov a njamä alkoxidov alkalických kovov, takmer rádovo nižšia ako by bolo zapotreby alkalických solí slabých ky-selín. Možnosť pracovať za nižšieho parciálneho tlaku oxidu uhoľnatého. Lepšia reproduk-ovateľnosť karbonylačnej redukcie, možnosť využiť aj nerafinované plyny obsahujúce oxid uhoľnatý. Spôsob naopak umožňuje využiť prímеси sírnych nečistôt v oxide uhoľnatom ako cenné komponenty katalytického systému karbonylačnej redukcie organických nitroaromátov.

Podľa tohto vynálezu možno karbonylačnou redukciov selektívne redukovať aj organické nitrozlúčeniny obsahujúce v molekule viac nitroskupín. Treba dbať len o bezpečnosť, aby látka nebola výbušninou.

Plynom obsahujúcim oxid uhoľnatý môže byť jednak samotný čistý oxid uhoľnatý, ďalej nerafinovaný oxid uhoľnatý, syntézny plyn, vodný plyn, plyn zo splynovania uhlia, metánu, ropných zvyškov ap., pričom z takých plynov nie je zapotreby odstraňovať sírovodík, karbo-nylsulfid a prípadne aj iné zlúčeniny síry. Neškodí ani prítomnosť vodíka, oxidu uhličité-ho, metánu, dusíka a ďalších inertných plynov. Ak je však v takom plyne obsah oxidu uhoľ-natého nízky, treba počítať s nižšou reakčnou rýchlosťou.

Elementárnu síru je najvhodnejšie aplikovať v práškovej forme alebo rozpustenú v nie-ktorej východiskovej surovine, najvhodnejšie v aromatickej nitrozlúčenine. Ako zlúčeniny síry najvhodnejšie sú sírovodík, karbonylsulfid, sírouhlík a oxid siričitý. Použiteľné sú tiež tioly, dialkylsulfidy, dialkyldisulfidy, tiofén, tiofán a ich homológy.

Ako hydroxidy alkalických kovov prichádzajú do úvahy hlavne hydroxid sodný, hydroxid draselný, ale použiteľné sú aj ďalšie vzácnejšie hydroxidy alkalických kovov.

Z alkoxidov je to metoxid sodný, metoxid draselný, etoxid sodný, etoxid draselný, propoxid sodný, resp. propylalkoholát sodný, propoxid draselný, izopropylalkoholát sodný, izopropylalkoholát draselný. Málo účinný je izopropylalkoholát hlinitý.

Podobne, ako v prípade hydroxidov alkalických kovov, možno aplikovať aj alkoxidy vzácnějších alkalických kovov.

Na uskutočňovanie spôsobu podľa tohto vynálezu možno miesto hydroxidov a alkoxidov alkalických kovov aplikovať aj ich prekursor, ako oxidy alkalických kovov a dokonca aj samotné alkalické kovy, lebo z nich rýchlo potrebné hydroxidy a alkoxidy za uvedených reakčných podmienok vznikajú.

Rozpúšťadlo, používané na karbonylačnú redukciu má byť čo najviac polárne, aby čo najlepšie zabezpečovalo kontakt organických nitrozlúčenín a vody. K najvhodnejším patria alkoholy C_1 až C_3 , prípadne až C_5 , glykoly a polyglykoly, dimetyl glykoléter, dimetyl polyglykoléter, dioxán a acetón. V prípade, že sa spôsob uskutočňuje bez prítomnosti rozpúšťadla, vhodné je použiť dostupné katalyzátory fázového, resp. medzifázového prenosu alebo aspoň intenzívne miešanie.

Vhodné je aspoň časť katalytického systému recirkulovať.

Spôsob podľa tohto vynálezu možno uskutočňovať kontinuálne, diskontinuálne i polopretržite.

Ďalšie údaje o uskutočňovaní spôsobu podľa tohto vynálezu, ako aj ďalšie výhody sú zrejmé z príkladov.

Príklad 1

Do rotačného autoklávu (180 obr/min) z nehrdzavejúcej ocele o objeme 1 dm^3 sa naváži 100 g nitrobenzénu, 10 g síry, 50 g vody, 1 g metoxidu sodného a 149 g metanolu. Po uzavretí autoklávu sa z neho odstráni vzduch prefukovaním kyslíkom a vvedie sa pri teplote miestnosti oxid uhoľnatý do tlaku 14 MPa. Oxid uhoľnatý ako prímеси obsahujú 0,04 % obj. kyslíka, 1,44 % obj. dusíka a 2,1 % obj. vodíka. Nato sa spustí rotácia autoklávu a zapne vykurovanie. Počas 30 min. sa dosiahne požadovaná reakčná teplota 150°C . Teplota i tlak sa zaznamenávajú v 10 min intervaloch. Pokles tlaku v autokláve sa zastaví po 170 min. Nato sa rotácia autoklávu zastaví a autokláv sa schladí na laboratórnu teplotu, neskonvertovaný plyn sa z autoklávu vypustí a produkt sa kvantitatívne vyberie, zváži, analyzuje a rektifikuje. Konverzia nitrobenzénu je úplná (100 %) a selektivita na anilín = 100 %.

Príklad 2

Postupuje sa podobne ako v príklade 1, len miesto 50 g vody sa použije 100 g vody a miesto 149 g metanolu len 99 g metanolu. Doba poklesu tlaku sa predĺži na 190 min. Konverzia nitrobenzénu dosahuje 100 % a selektivita na anilín 100 %.

Príklad 3

Postupuje sa podobne ako v príklade 2, len miesto 1 g metanolu sodného ako katalyzátora redukčnej karbonylácie sa použije 20 g metanolickeho roztoku hydroxidu draselného o koncentrácii 15 % hmot., tj. 3 % hmot. KOH/nitrobenzén. Reakčná doba karbonylačnej redukcie je 4 h. Konverzia nitrobenzénu dosahuje 100 % a selektivita na anilín je takisto úplná.

Príklad 4

Postupuje sa podobne ako v príklade 2, len miesto 10 g síry sa ako komponent katalytického systému použije 7,2 g sírouhlíka. Doba poklesu tlaku dosiahne 160 min. Konverzia nitrobenzénu dosahuje 100 % a selektivita na anilín takisto 100 %.

Príklad 5

Postupuje sa podobne ako v príklade 2, len miesto 10 g práškovej elementárnej síry

sa pridá len 2,5 g. Od dosiahnutia teploty 150 °C sa po 190 min rotácia autoklávu zastaví, vypustí sa z neho plyn a obsah sa zváži a analyzuje. Konverzia nitrobenzénu dosahuje 46 % a selektivita na anilín 100 %.

Príklad 6

Postupuje sa podobne ako v príklade 4, len okrem 2,5 g práškovej elementárnej síry sa ešte pridá 3,4 g sírovodíka (sírovodíkom nasýteného metanolu) a vody.

Konverzia nitrobenzénu dosahuje 91 % a selektivita na anilín je úplná.

Príklad 7

Do rotačného autoklávu (180 obr/min) z nehrdzavejúcej ocele o objeme 1 dm³ sa naváži 100 g nitrobenzénu, 180 g metanolu, 20 g metanolickeho roztoku metanolátu sodneho, 10 g práškovej síry, 10 g vody a 0,1 g oxidu vanadičného. Autokláv sa prefúka kyslíkom a potom sa do neho voviedie oxid uhoľnatý špecifikovaný v príklade 1 do tlaku 14 MPa. Nato sa spustí rotácia a vyhrievanie autoklávu na teplotu 150 °C. Pri tejto teplote sa uskutočňuje karbonylačná redukcia počas 4 h. Nato sa produkt vypustí cez chladič, zváži a analyzuje. Konverzia nitrobenzénu dosahuje 100 % a selektivita na anilín 60,9 % a na metyl-N-fenylkarbamát 34 %.

Za inak podobných podmienok, len použitím metanolickeho roztoku metanolátu draselného o koncentrácii 10 % hmot. konverzia nitrobenzénu je úplná, selektivita na anilín 61,5 % a metyl-N-fenylkarbamát 36,1 %.

Príklad 8

Do autoklávu špecifikovaného v príklade 5 sa naváži 100 g 1,3-dinitrobenzénu, 300 g metanolu, 1 g metanolátu sodneho, 90 g vody, 10 g síry a 0,3 g oxidu vanadičného. Autokláv sa prefúka kyslíkom a privedie sa oxid uhoľnatý do tlaku 14 MPa, pričom karbonylačná redukcia sa uskutočňuje pri teplote 150 ± 2 °C počas 4 h. Konverzia dinitrobenzénu dosahuje 85 %, selektivita na m-fenyléndiamín 39 % a na m-nitroanilín 42 %.

Za inak podobných podmienok, ale použitím 8 g sírouhlíka miesto 10 g elementárnej síry je konverzia 1,3-dinitrobenzénu 96 %, selektivita na m-fenyléndiamín 37 % a na nitroanilín 53 %.

Príklad 9

Za použitia autoklávu o objeme 1 dm³, špecifikovaného v príklade 1, oxidu uhoľnatého s prímiesou 0,04 % obj. kyslíka, 1,44 % dusíka a 2,1 % obj. vodíka, za prefúkania autoklávu kyslíkom sa na každý pokus naváži po 100 g nitrobenzénu, 10 g elementárnej práškovej síry a 2 g metanolátu sodneho. Do jedného pokusu aj oxid vanadičný. Ďalej rôzne množstvo vody a metanolu. Počiatočný tlak pri teplote miestnosti je 14 MPa a vlastná reakcia sa uskutočňuje pri teplote 150 ± 2 °C počas 4 h. Dosiahnuté výsledky vplyvu množstva vody na konverziu nitrobenzénu a selektivitu na anilín a metyl-N-fenyluretán sú uvedené v tabuľke 1.

Tabuľka 1

Pridaný CH_3OH		Pridaná voda	Pridaný V_2O_5 (% hmot./ /nitro- benzén)	Konverzia nitroben- zénu (%)	Selektivita (v %) na	
(g)	% hmot./ /nitro- benzén	% hmot./ /nitro- benzén			anilín	metyl-N- -fenyl- uretán
190	190	10	0,0	72,3	12,3	11,2
190	190	10	0,1	100	60,9	30,0
150	150	50	0,0	100	100,0	0,0
100	100	100	0,0	100	100,0	0,0
100	100	100	0,0	100	95,6	0,0

Príklad 10

Do autoklávu špecifikovaného v príklade 1 sa naváži 100 g nitrobenzénu, 100 g metanolu, 100 g vody a 10 g elementárnej síry. Potom sa vovedie oxid uhoľnatý takisto charakterizovaný v príklade 1 do tlaku 14 MPa pri teplote miestnosti. Nato sa autokláv za rotácie vyhreje na teplotu 150°C a pri tejto sa udržiava počas 6,5 h. Potom sa autokláv ochladí, produkt vyberie, zváži a analyzuje. Konverzia nitrobenzénu dosahuje 31 až 32 %, selektivita na anilín 96 % a metylfenyluretán 2,6 %.

V druhom pokuse za inak podobných podmienok, len navyše s prísadou 20 g vodného roztoku hydroxidu draselného a metoxidu draselného o celkovej koncentrácii 10 % hmot., dosiahne konverzia nitrobenzénu 98 až 100 % a selektivita na anilín 98 až 99 %.

Príklad 11

Do tlakovej kyvety o objeme 10 cm^3 sa naváži 1 g 2-nitropropánu, 1 g metanolu, 1 g vody, 0,1 g práškovej síry a 0,01 g metoxidu sodného. Karbonylačná redukcia sa robí oxidom uhoľnatým, charakterizovaným v príklade 1 pri počiatočnom tlaku pri teplote miestnosti 14 MPa. Vlastná reakcia sa uskutočňuje počas 4 h pri teplote $150 \pm 2^\circ\text{C}$. Konverzia 2-nitropropánu dosahuje 99 až 100 %.

Príklad 12

Do tlakovej kyvety špecifikovanej v príklade 11 sa naváži 1 g nitrocyclohexánu, 1 g metanolu, 1 g destilovanej vody, 0,5 g metanolickeho roztoku metoxidu sodného, 0,1 g síry a 0,0035 g oxidu vanadičného. Potom sa voviedol oxid uhoľnatý do tlaku 14 MPa pri teplote miestnosti. Reduktívna karbonylácia sa robí pri teplote 150°C počas 4 h. Konverzia nitrocyclohexánu dosahuje 98 až 100 %.

Príklad 13

Postupuje sa podobne ako v príklade 1, len miesto 100 g nitrobenzénu sa pridá 100 g 3-chlórnitrobenzénu a miesto 1 g metoxidu sodného 1,5 g izopropoxyidu draselného. Konverzia chlórnitrobenzénu je 97 % a selektivita na chlór-anilín je 98 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob karbonylačnej redukcie organických nitrozlučenín hlavne na organické amínoslučeniny plynom obsahujúcim oxid uhoľnatý a vodou, za katalytického účinku systému obsahujú-

ceho síru a/alebo najmenej jednu zlúčeninu síry, v množstve 0,1 až 20 % hmot., počítané na organické nitrozlučieniny a 0,005 až 7 % hmot. oxidu vanádu a/alebo kyslíka, počítané taktiež na organické nitrozlučieniny pri teplote 50 až 300 °C a tlaku 0,1 až 30 MPa, spravidla za prítomnosti aspoň čiastočne vodorozpustného rozpúšťadla, vyznačujúci sa tým, že do reakčného prostredia sa jednorázove alebo po častiach pridá ako komponent katalytického systému 0,01 až 5 % hmot., počítané na nitrozlučieniny, hydroxidu alkalického kovu a/alebo alkoxidu alkalického kovu, v ktorom alkyl je o počte uhlíkových atómov 1 až 3.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že hydroxid alkalického kovu, s výhodou hydroxid sodný a/alebo alkoxid alkalického kovu, s výhodou metoxid sodný, je vo forme roztoku, s výhodou vo forme vodného a/alebo alkoholického roztoku.
3. Spôsob podľa bodu 1 a 2, vyznačujúci sa tým, že karbonylačná redukcia sa uskutočňuje za prítomnosti polárneho rozpúšťadla, s výhodou alkoholu C₁ až C₃ v množstve 10 až 200 % hmot. a/alebo katalyzátora medzifázového prenosu v množstve 0,01 až 2 % hmot., počítané na nitrozlučieniny.