

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 405 321**

51 Int. Cl.:

C07C 29/147 (2006.01)

C07C 67/14 (2006.01)

C07C 29/58 (2006.01)

C07C 29/62 (2006.01)

C07C 51/363 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.02.2008 E 08711703 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.04.2013 EP 2123624**

54 Título: **Procedimiento para producir alcohol 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico**

30 Prioridad:

16.02.2007 JP 2007035910

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

30.05.2013

73 Titular/es:

**SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED
(100.0%)
27-1, SHINKAWA 2-CHOME, CHUO-KU
TOKYO 104-8260, JP**

72 Inventor/es:

HAGIYA, KOJI

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 405 321 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir alcohol 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir alcohol 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico.

Técnica anterior

10 En el documento US 2005/0054886 A se describe que el alcohol 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico es útil como producto intermedio sintético de pesticidas, y como procedimiento para producirlo, un procedimiento que comprenden cinco etapas de fluoración, hidrogenación, diazotización, seguido de descomposición, halogenación e hidrogenación usando 2,3,5,6-tetraclorotereftalonitrilo como material de partida se describe en su interior.

15 Alternativamente, en el documento CN 1458137 A se describe un procedimiento para producir alcohol 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico que comprende cinco etapas de fluoración, esterificación, reducción, bromación e hidrogenación usando dicloruro de 2,3,5,6-tetraclorotereftaloilo como material de partida.

20 Divulgación de la invención

La presente invención proporciona

25 <1> Un procedimiento para producir alcohol 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico que comprende las siguientes etapas (A) a (D):

Etapa (A): una etapa para fluorar dicloruro de 2,3,5,6-tetraclorotereftaloilo y que contiene además una operación de mezclar la mezcla de reacción obtenida por fluoración con agua o un compuesto de alcohol C₁-C₆ para obtener ácido tetrafluorotereftálico o un diéster de ácido tetrafluorotereftálico como producto,

30 Etapa (B): una etapa para reducir el producto obtenido en la etapa (A) para obtener 2,3,5,6-tetrafluoro-1,4-bencenodimetanol,

Etapa (C): una etapa para clorar el 2,3,5,6-tetrafluoro-1,4-bencenodimetanol para obtener 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencenometanol,

35 Etapa (D): una etapa para hidrogenar el 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencenometanol;

<2> El procedimiento según <1>, donde la fluoración se realiza usando un fluoruro de metal alcalino en la etapa (A);

<3> El procedimiento según <2>, donde el fluoruro de metal alcalino es fluoruro de potasio;

40 <4> El procedimiento según <3>, donde fluoruro de potasio es una composición de fluoruro de potasio obtenida mezclando una mezcla que contiene fluoruro de potasio y 5 a 50 partes en peso de metanol por 1 parte en peso de fluoruro de potasio con un disolvente orgánico aprótico que tiene un punto de ebullición superior al del metanol, seguido de eliminación del metanol mediante destilación de la mezcla obtenida;

<5> El procedimiento según cualquiera de <2> a <4>, donde la fluoración se realiza en presencia de dimetilsulfona en la etapa (A);

45 <6> El procedimiento según <1>, donde el producto obtenido en la etapa (A) es ácido 2,3,5,6-tetrafluorotereftálico;

<7> El procedimiento según <1>, donde el producto obtenido en la etapa (A) es diéster de ácido 2,3,5,6-tetrafluorotereftálico;

50 <8> El procedimiento según cualquiera de <1> a <7>, donde la reducción se realiza usando al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de borohidruro, un compuesto de hidruro de aluminio y un compuesto de hidruro de silicio en la etapa (B);

<9> El procedimiento según cualquiera de <1> a <8>, donde la reducción se realiza usando un borohidruro de metal alcalino en la etapa (B);

<10> El procedimiento según <9>, donde el borohidruro de metal alcalino es borohidruro de sodio;

55 <11> El procedimiento según <9> o <10>, donde la reducción se realiza en presencia de al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un ácido, agua y un compuesto de alcohol C₁-C₁₀ en la etapa (B);

<12> El procedimiento según cualquiera de <1> a <11>, donde la cloración se realiza usando cloruro de hidrógeno en la etapa (C);

<13> El procedimiento según <12>, donde la cloración se realiza en un sistema de dos fases en la etapa (C);

60 <14> El procedimiento según cualquiera de <1> a <13>, donde la hidrogenación se realiza usando hidrógeno en presencia de un catalizador metálico en la etapa (D);

<15> El procedimiento según <14>, donde la hidrogenación se realiza en presencia de una base en la etapa (D).

65

Mejor modo para llevar a cabo la presente invención

Primero se ilustrará la etapa (A). La etapa (A) es una etapa para fluorar dicloruro de 2,3,5,6-tetraclorotereftaloilo.

- 5 El dicloruro de 2,3,5,6-tetraclorotereftaloilo puede producirse según procedimientos conocidos descritos en el documento JP 2-11571 B o similares.

La fluoración se realiza normalmente mezclando dicloruro de 2,3,5,6-tetraclorotereftaloilo con un agente de fluoración.

- 10 Ejemplos del agente de fluoración incluyen un fluoruro de metal alcalino tal como fluoruro de potasio, fluoruro de sodio y fluoruro de cesio, y fluoruro de hidrógeno. El fluoruro de metal alcalino es preferible y el fluoruro de potasio es más preferible. Como agente de fluoración puede usarse uno comercialmente disponible y puede usarse uno producido según cualquier procedimiento conocido. Como agente de fluoración, uno que tiene un pequeño tamaño de partícula es preferible. Alternativamente es preferible un fluoruro de metal alcalino en el que contenido de agua es pequeño.

- 15 Como agente de fluoración especialmente preferible es preferible un fluoruro de metal alcalino obtenido por un procedimiento de secado por pulverización. Alternativamente, como agente de fluoración también se usa preferentemente una composición de fluoruro de potasio obtenida por el siguiente (Procedimiento 1).

- 20 (Procedimiento 1): un procedimiento que comprenden mezclar una mezcla que contiene fluoruro de potasio y 5 a 50 partes en peso de metanol por 1 parte en peso de fluoruro de potasio (en lo sucesivo, simplemente denominada la mezcla de fluoruro de potasio) con un disolvente orgánico aprótico que tiene un punto de ebullición superior al del metanol, seguido de eliminación del metanol mediante destilación de la mezcla obtenida para obtener una composición de fluoruro de potasio.

- 25 Un procedimiento para preparar una composición de fluoruro de potasio según (Procedimiento 1) se ilustrará a continuación.

- 30 Como fluoruro de potasio usado en (Procedimiento 1) normalmente se usa uno comercialmente disponible. Puede usarse fluoruro de potasio anhidro, y puede usarse fluoruro de potasio hidratado. También puede usarse fluoruro de potasio que contiene aproximadamente el 5% en peso o menos de agua. El tamaño de partícula del mismo no está particularmente limitado, y puede ser uno que tiene un tamaño de partícula relativamente grande (por ejemplo, cristal) y un que tiene un tamaño de partícula pequeño (por ejemplo, polvo).

- 35 Como metanol usado en (Procedimiento 1) normalmente se usa uno comercialmente disponible. Puede ser metanol anhidro, y también puede usarse uno que contiene aproximadamente el 5% en peso o menos de agua. La cantidad de metanol usada es 5 a 50 partes en peso por 1 parte de fluoruro de potasio. Ejemplos de la mezcla de fluoruro de potasio obtenida incluyen una dispersión donde el fluoruro de potasio se dispersa en metanol y una disolución donde toda la cantidad de fluoruro de potasio se disuelve en metanol, y es preferible una disolución donde toda la cantidad de fluoruro de potasio se disuelven en metanol. La cantidad de metanol usada para preparar dicha disolución es preferentemente 8 partes en peso o más por 1 parte en peso de fluoruro de potasio dependiendo de la temperatura de preparación, cantidad de agua en metanol o similares.

- 40 La mezcla de fluoruro de potasio puede prepararse mezclando fluoruro de potasio con metanol.

- 45 Alternativamente, la composición de fluoruro de potasio también puede prepararse mediante un procedimiento que comprende mezclar hidróxido potásico con fluoruro de hidrógeno en metanol. Desde el punto de vista económico es preferible un procedimiento que comprende mezclar hidróxido potásico con fluoruro de hidrógeno en metanol.

- 50 Como hidróxido potásico, normalmente se usa uno comercialmente disponible tal y como está o, si fuera necesario, después de secar. Su forma no está particularmente limitada, y puede usarse uno que tenga cualquier forma tal como escama, bastoncillos y pastilla. Alternativamente, puede ser una disolución acuosa o una disolución en alcohol. Una cantidad de agua en su interior es preferentemente pequeña. Como disolución en alcohol es preferible una disolución en metanol.

- 55 Como fluoruro de hidrógeno normalmente se usa uno comercialmente disponible tal y como está o después de mezclar con metanol o agua. Puede usarse gas de fluoruro de hidrógeno y puede usarse ácido fluorhídrico. Desde el punto de vista de la operabilidad y disponibilidad, es preferible ácido fluorhídrico. Si se usa gas de fluoruro de hidrógeno, puede mezclarse con un gas inerte en la reacción que vaya a usarse. Si se usa ácido fluorhídrico, es preferible uno que tiene una alta concentración. La cantidad usada de fluoruro de hidrógeno es normalmente 0,9 a 1,1 moles y preferentemente 0,99 a 1,01 moles por 1 mol de hidróxido potásico.

- 60 Aunque el orden de mezcla del hidróxido potásico, fluoruro de hidrógeno y metanol no está particularmente limitado, el fluoruro de hidrógeno se añade preferentemente a una mezcla de hidróxido potásico y metanol.

La composición de fluoruro de potasio se prepara normalmente bajo presión normal, y puede prepararse a presión reducida o bajo presión. La temperatura de preparación es normalmente 0 a 100°C y preferentemente 20 a 70°C.

5 Aunque el disolvente orgánico aprótico que tiene un punto de ebullición superior al del metanol puede ser un disolvente polar aprótico y un disolvente no polar aprótico, un disolvente polar aprótico es preferible desde el punto de vista de la actividad de la composición de fluoruro de potasio obtenida en la reacción de fluoración. Ejemplos del disolvente polar aprótico incluyen disolventes de hidrocarburo C₆-C₈ alifático tales como hexano, heptano, octano y ciclohexano, y disolventes de hidrocarburo aromático tales como benceno, tolueno y xileno. Ejemplos del disolvente polar aprótico incluyen disolventes de éter tales como éter diisopropílico, éter dibutílico, dioxano, éter dimetílico de dietilenglicol y éter dimetílico de trietilenglicol, disolventes de sulfona tales como sulfolano, dimetilsulfona y metiletilsulfona, disolventes de sulfóxido tales como sulfóxido de dimetilo, sulfóxido de dietilo y sulfóxido de tetrametileno, disolventes de alquilamida tales como N,N-dimetilformamida, N,N-dimetilacetamida y N-metilpirrolidona, y disolventes de nitrilo tales como butironitrilo y adiponitrilo. Se prefieren disolventes de sulfona, disolventes de sulfóxido y disolventes de alquilamida.

15 La cantidad usada de disolvente orgánico aprótico que tiene un punto de ebullición superior al del metanol puede ser normalmente 1 parte en peso o más por 1 parte en peso de fluoruro de potasio. Aunque no hay límite superior particularmente, debido a que la productividad disminuye cuando la cantidad del mismo es demasiada, es normalmente 20 partes en peso o menos.

20 Ejemplos específicos del procedimiento de mezcla de la mezcla de fluoruro de potasio con un disolvente orgánico aprótico que tiene un punto de ebullición superior al del metanol, seguido de eliminación del metanol mediante destilación de la mezcla obtenida, incluyen los siguientes procedimientos (i) y (ii), y el procedimiento (ii) es preferible desde el punto de vista de la actividad de la composición de fluoruro de potasio obtenida.

25 (i) procedimiento de mezcla de la mezcla de fluoruro de potasio con un disolvente orgánico aprótico que tiene un punto de ebullición superior al del metanol, seguido de concentración de la mezcla obtenida para eliminar el metanol mediante destilación.

30 (ii) procedimiento de eliminación del metanol mediante destilación añadiendo la mezcla de fluoruro de potasio a un disolvente orgánico aprótico bajo la condición a la cual la temperatura es el punto de ebullición del metanol o más a la presión de operación.

35 La composición de fluoruro de potasio obtenida no contiene preferentemente esencialmente metanol desde el punto de vista de la actividad. Desde el punto de vista de preparar fácilmente la composición de fluoruro de potasio que no contiene esencialmente metanol, el metanol se elimina preferentemente mediante destilación usando un disolvente que forma un azeótropo con el metanol. Ejemplos del disolvente que forma un azeótropo con el metanol incluyen disolventes de hidrocarburo aromático tales como benceno, tolueno y xileno, y disolventes de hidrocarburo alifático tales como hexano y ciclohexano. Si se usa un disolvente que forma un azeótropo con el metanol, dicho disolvente también se elimina preferentemente mediante destilación de manera que la composición de fluoruro de potasio obtenida no contenga esencialmente dicho disolvente. Con el fin de obtener una composición de fluoruro de potasio que no contenga esencialmente metanol, una parte del disolvente orgánico aprótico puede eliminarse mediante destilación junto con el metanol y el disolvente que forma un azeótropo con el metanol.

45 La presión de operación en la eliminación del metanol mediante destilación es normalmente 0,7 a 200 kPa y la temperatura de operación es normalmente 20 a 200°C.

El metanol eliminado mediante destilación puede usarse de nuevo para preparar la mezcla de fluoruro de potasio.

50 La dispersión de fluoruro de potasio así obtenida es una mezcla donde el fino polvo de fluoruro de potasio se dispersa en el disolvente orgánico aprótico polar, y consiste esencialmente en el fino polvo de fluoruro de potasio y el disolvente orgánico aprótico anteriormente mencionado. El contenido de fluoruro de potasio es normalmente 5 al 70% en peso.

55 La cantidad del agente de fluoración usado en la etapa (A) es normalmente 6 moles o más por 1 mol de dicloruro de tetraclorotereftaloilo, y aunque no hay límite superior específico, es preferentemente 6 a 10 moles desde el punto de vista económico.

60 La fluoración del dicloruro de tetraclorotereftaloilo se realiza normalmente en presencia de un disolvente. Un disolvente polar aprótico es preferible como disolvente. Ejemplos del disolvente polar aprótico incluyen los mismos que se usan para la preparación anteriormente mencionada de la composición de fluoruro de potasio, y el disolvente de sulfona, el disolvente de sulfóxido o el disolvente de alquilamida es más preferible, el disolvente de sulfona es además preferible y la dimetilsulfona es especialmente preferible.

65 Aunque la cantidad usada del disolvente no está particularmente limitada, y es normalmente 0,1 a 20 partes en peso por 1 parte en peso de dicloruro de tetraclorotereftaloilo.

La temperatura de reacción está normalmente en un intervalo de 120 a 200°C.

Si se usa dimetilsulfona como disolvente, la reacción se realiza preferentemente adicionalmente en presencia de un disolvente orgánico inerte en la reacción. Como disolvente orgánico inerte en la reacción es preferible un disolvente orgánico inerte en la reacción que tiene un menor punto de ebullición que el de la dimetilsulfona y que tiene un menor punto de fusión que el de la dimetilsulfona, y es más preferible un disolvente orgánico inerte en la reacción que tenga un punto de ebullición de 100 a 200°C y que tenga un menor punto de fusión que el de la dimetilsulfona, y es especialmente preferible un disolvente orgánico inerte en la reacción que tenga un punto de ebullición de 100 a 200°C y que tenga un punto de fusión de 50°C o menos.

Ejemplos del disolvente orgánico inerte en la reacción incluyen disolventes de éter tales como dioxano, éter dimetilico de dietilenglicol, disolventes de N,N-dialquilamida tales como N,N-dimetilacetamida, disolventes de hidrocarburo aromático tales como tolueno, xileno, clorobenceno y benzonitrilo, y disolventes de hidrocarburo alifático tales como octano y decano. La cantidad usada del mismo es normalmente 0,5 partes en peso o menos y preferentemente 0,2 partes en peso o menos por 1 parte en peso de dimetilsulfona.

La fluoración del dicloruro de tetraclorotereftaloilo se realiza mezclando dicloruro de tetraclorotereftaloilo y el agente de fluoración, según sea necesario, en presencia del disolvente, seguido de realizar agitación a una temperatura predeterminada, y el orden de mezcla no está particularmente limitado. Si se usa fluoruro de metal alcalino como agente de fluoración, la fluoración se realiza preferentemente después de eliminar el agua contenida en el fluoruro de metal alcalino. Ejemplos del procedimiento para eliminar el agua contenida en el fluoruro de metal alcalino incluyen un procedimiento que comprende mezclar el fluoruro de metal alcalino con el disolvente, seguido de calentar a presión reducida, y un procedimiento que comprende calentar una mezcla de un disolvente orgánico que forma un azeótropo con agua, el fluoruro de metal alcalino y el disolvente para realizar una deshidratación azeotrópica.

La fluoración se realiza normalmente a presión normal y puede realizarse bajo presión. El progreso de la reacción puede comprobarse por un medio analítico convencional tal como cromatografía de gases y cromatografía de líquidos.

La mezcla de reacción después de la fluoración normalmente contiene difluoruro de tetrafluorotereftaloilo como producto.

La mezcla de reacción obtenida se mezcla con agua o un compuesto de alcohol C₁-C₆, y entonces el producto obtenido puede usarse para la etapa (B).

Si la mezcla de reacción se mezcla con agua, se obtiene ácido 2,3,5,6-tetrafluorotereftálico como producto, y si la mezcla de reacción se mezcla con el compuesto de alcohol C₁-C₆, se obtiene un diéster de ácido 2,3,5,6-tetrafluorotereftálico como producto.

Ejemplos del compuesto de alcohol C₁-C₆ incluyen un compuesto de alcohol lineal, de cadena ramificada o cíclico, tal como metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, terc-butanol y ciclohexanol. Como éstos normalmente se usa uno comercialmente disponible.

Aunque la cantidad usada del compuesto de alcohol C₁-C₆ no está particularmente limitada, es normalmente 2 a 50 moles por 1 mol de difluoruro de tetrafluorotereftaloilo contenido en la mezcla de reacción.

La mezcla de la mezcla de reacción con agua o el compuesto de alcohol C₁-C₆ puede llevarse a cabo en presencia de un disolvente orgánico inmiscible en agua. Ejemplos del disolvente orgánico inmiscible en agua incluyen disolventes de hidrocarburo aromático tales como tolueno, xileno y clorobenceno, disolventes de hidrocarburo alifático tales como pentano, hexano y heptano, disolventes de hidrocarburo alifático halogenado tales como diclorometano, dicloroetano y cloroformo, disolventes de éter tales como éter dietílico y éter metil-terc-butílico, y disolventes de éster tales como acetato de etilo. La cantidad usada del mismo no está particularmente limitada.

Si la mezcla de reacción se mezcla con agua o el compuesto de alcohol C₁-C₆, normalmente se genera fluoruro de hidrógeno. Por tanto, la mezcla se realiza preferentemente mientras que se elimina el fluoruro de hidrógeno tal como mezclando en presencia de una base, mezclando mientras que se burbujea un gas inerte en su interior y mezclando a presión reducida.

Ejemplos de la base incluyen amina terciaria tal como trietilamina y diisopropiletilamina, compuestos aromáticos que contienen nitrógeno tales como piridina, colidina y quinolina, carboxilatos de metal alcalino tales como acetato sódico, alcoholatos de metal alcalino tales como metilato de sodio y etilato de sodio, hidróxidos de metales alcalinos tales como hidróxido sódico e hidróxido potásico, hidróxidos de metal alcalinotérreo tales como hidróxido de calcio e hidróxido de magnesio, carbonatos de metal alcalino tales como carbonato sódico y carbonato de potasio, hidrogenocarbonatos de metal alcalino tales como hidrogenocarbonato de sodio e hidrogenocarbonato de potasio, carbonatos de metal alcalinotérreo tales como carbonato cálcico y carbonato de magnesio, e hidrogenocarbonatos

- de metal alcalinotérreo tales como hidrogenocarbonato de calcio e hidrogenocarbonato de magnesio. Es preferible compuestos aromáticos que contienen nitrógeno, carbonatos de metal alcalino, hidrogenocarbonatos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalinotérreo o hidrogenocarbonatos de metal alcalinotérreo, y es más preferible carbonatos de metal alcalino, hidrogenocarbonatos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalinotérreo o hidrogenocarbonatos de metal alcalinotérreo.
- La cantidad usada de la base puede ser una cantidad suficiente para neutralizar el fluoruro de hidrógeno generado, y es normalmente 2 a 5 moles por 1 mol de difluoruro de tetrafluorotereftaloilo.
- Ejemplos del gas inerte incluyen nitrógeno, dióxido de carbono y aire.
- Si la mezcla se realiza a presión reducida, la presión es normalmente 6 a 100 kPa.
- El orden de mezcla de la mezcla de reacción con agua o el compuesto de alcohol C₁-C₆ no está particularmente limitado. Si la mezcla se lleva a cabo en presencia de la base, el agua o el compuesto de alcohol C₁-C₆ se añade preferentemente a una mezcla de la mezcla de reacción y la base, o la base y agua o el compuesto de alcohol C₁-C₆ se añaden preferentemente a la mezcla de reacción.
- La temperatura de mezcla no está particularmente limitada, y es normalmente 0 a 100°C. Si la mezcla se lleva a cabo en presencia de la base, es preferentemente 0 a 30°C.
- La mezcla de reacción obtenida después de completarse la mezcla contiene ácido tetrafluorotereftálico o un diéster de ácido tetrafluorotereftálico como producto, y aunque éste puede usarse tal y como está para la siguiente etapa (B), una fase orgánica que contiene el producto, que se obtiene realizando postratamiento convencional tal como separación y filtración, se usa normalmente para la etapa (B). Alternativamente, el producto puede aislarse de la fase orgánica por medios de aislamiento tales como concentración y cristalización para usarse para la etapa (B).
- Ejemplos del diéster de ácido tetrafluorotereftálico incluyen 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo, 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dietilo, 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de di(n-propilo), 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de diisopropilo, 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de di(n-butilo) y 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de di(terc-butilo).
- A continuación se ilustrará la etapa (B). La etapa (B) es una etapa para reducir el producto obtenido en la etapa (A).
- La reducción del producto obtenido en la etapa (A) se realiza normalmente poniendo en contacto el producto obtenido en la etapa (A) con un agente reductor.
- Como agente reductor, al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de borohidruro, un compuesto de hidruro de aluminio y un compuesto de hidruro de silicio. Ejemplos del compuesto de borohidruro incluyen un borohidruro de metal alcalino tal como borohidruro de sodio, borohidruro de litio y borohidruro de potasio, un borohidruro de metal alcalinotérreo tal como borohidruro de calcio y borohidruro de magnesio, y un compuesto de borano tal como diborano y complejo de borano-tetrahidrofurano. Ejemplos del compuesto de hidruro de aluminio incluyen un hidruro de metal y aluminio tal como hidruro de litio y aluminio, y un hidruro de dialquilaluminio tal como hidruro de diisobutilaluminio. Ejemplos del compuesto de hidruro de silicio incluyen hidruros de alquilsililo tales como hidruro de trietilsililo, hidruro de triisopropilsililo, hidruro de dietilsililo y 1,1,2,2-tetrametildisilano; y silanos tales como monosilano y disilano. Entre ellos es preferible un compuesto de borohidruro y un borohidruro de metal alcalino es más preferible y el borohidruro de sodio es además preferible.
- Puede usarse un agente reductor comercialmente disponible, y puede usarse uno preparado según procedimientos conocidos. El agente reductor previamente preparado puede usarse y puede prepararse en el sistema de reacción.
- La cantidad usada del agente reductor es normalmente 1 a 5 moles y preferentemente 2 a 3 moles por 1 mol del producto obtenido en la etapa (A).
- La reducción se realiza normalmente en un disolvente. Ejemplos del disolvente incluyen disolventes de éter tales como éter dietílico, éter metil-terc-butílico, tetrahidrofurano, dioxano y éter diisopropílico, y disolventes de hidrocarburo aromático tales como tolueno, xileno y clorobenceno. Aunque la cantidad usada del mismo no está particularmente limitada, es prácticamente 100 partes en peso o menos por 1 parte en peso del producto obtenido en la etapa (A), considerando la eficiencia del volumen.
- Si un borohidruro de metal alcalino se usa como agente reductor, la reducción se realiza preferentemente en presencia de al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un ácido, agua y un compuesto de alcohol C₁-C₁₀ con el fin de que la reducción avance con un buen rendimiento.
- Ejemplos del ácido incluyen ácidos minerales, ácidos carboxílicos y ácidos sulfónicos, y se prefieren ácidos minerales. Ejemplos del ácido mineral incluyen ácido clorhídrico, ácido sulfúrico y ácido fosfórico, y se prefieren ácido clorhídrico y ácido sulfúrico. Ejemplos del ácido carboxílico incluyen ácidos carboxílicos alifáticos tales como

ácido fórmico, ácido acético, ácido trifluoroacético, ácido propiónico, ácido butanoico y ácido oxálico, y ácidos carboxílicos aromáticos tales como ácido benzoico. Ejemplos del ácido sulfónico incluyen ácidos sulfónicos alifáticos tales como ácido metanosulfónico, ácido etanosulfónico y ácido trifluorometanosulfónico, y ácidos sulfónicos aromáticos tales como ácido bencenosulfónico y ácido p-toluenosulfónico. Como ácido normalmente se usa uno comercialmente disponible. El ácido puede usarse tal y como está, y puede mezclarse con agua o el disolvente anteriormente mencionado para usarse. Si el ácido se usa como disolución acuosa, la concentración de ácido es normalmente del 5% en peso o más, y es preferible uno que tenga una alta concentración del mismo. La cantidad usada del ácido es normalmente 0,2 a 5 moles y preferentemente 0,2 a 2 moles por 1 mol del borohidruro de metal alcalino basado en protones.

La cantidad usada de agua es normalmente 0,5 a 10 moles y preferentemente 0,9 a 4 moles por 1 mol del borohidruro de metal alcalino.

Ejemplos del compuesto de alcohol C₁-C₁₀ incluyen alcoholes alifáticos tales como metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol y terc-butanol, y alcoholes aromáticos tales como fenol y alcohol bencílico, y se prefieren alcoholes alifáticos y el metanol es más preferible. La cantidad usada del mismo no está particularmente limitada, y aunque también puede usarse la cantidad en exceso del mismo para servir de disolvente, normalmente es 0,2 a 50 moles por 1 mol del borohidruro de metal alcalino.

La reducción se realiza normalmente poniendo en contacto el producto obtenido en la etapa (A) con el agente reductor en un disolvente. Si se usa un borohidruro de metal alcalino como agente reductor, se prefiere que una mezcla del producto obtenido en la etapa (A), el borohidruro de metal alcalino y el disolvente se agite a una temperatura de reacción predeterminada, y que a la misma se añada al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un ácido, agua y un compuesto de alcohol C₁-C₁₀.

La temperatura de reducción es normalmente 0 a 150°C. La temperatura de reducción cuando la reducción se realiza usando un borohidruro de metal alcalino como agente reductor en presencia de un ácido o un compuesto de alcohol C₁-C₁₀ es preferentemente 20 a 80°C. La temperatura de reducción cuando la reducción se realiza usando un borohidruro de metal alcalino como agente reductor en presencia de agua es preferentemente 40 a 80°C.

Aunque la reducción se realiza normalmente a presión normal, puede llevarse a cabo bajo presión. El progreso de la reducción puede comprobarse por un medio analítico convencional tal como cromatografía de gases y cromatografía de líquidos.

Después de completarse la reducción se obtiene la mezcla de reacción que contiene 2,3,5,6-tetrafluoro-1,4-bencenodimetanol como producto. Aunque la mezcla de reacción obtenida puede usarse tal y como está para la siguiente etapa (C), una disolución de ácido mineral acuosa tal como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico y ácido nítrico se mezcla normalmente con la mezcla de reacción obtenida y, según sea necesario, se realiza un tratamiento tal como neutralización y extracción, para obtener una fase orgánica que contiene 2,3,5,6-tetrafluoro-1,4-bencenodimetanol, y la fase orgánica se usa para la etapa (C). Alternativamente, el producto puede aislarse concentrando la fase orgánica para usarla para la etapa (C).

A continuación se ilustrará la etapa (C). La etapa (C) es una etapa para clorar el producto obtenido en la etapa (B).

La cloración se realiza normalmente poniendo en contacto el producto obtenido en la etapa (B) con un agente de cloración.

El agente de cloración puede ser uno usado para la cloración de un grupo hidroxilo alcohólico, y ejemplos del mismo incluyen cloruro de hidrógeno, cloruro de tionilo, tricloruro fosforoso y oxiclorigen fosforoso, y es preferible cloruro de hidrógeno. Como estos agentes de cloración normalmente se usa uno comercialmente disponible. Como cloruro de hidrógeno puede usarse cualquiera de gas de cloruro de hidrógeno, una disolución de disolvente orgánico de cloruro de hidrógeno y ácido clorhídrico, y es preferible ácido clorhídrico desde el punto de vista de la operabilidad y disponibilidad. El gas de cloruro de hidrógeno puede mezclarse con un gas inerte en la reacción para su uso. Si se usa ácido clorhídrico, es preferible uno que tiene una alta concentración, y es preferible un ácido clorhídrico concentrado comercialmente disponible. Ejemplos de la disolución del disolvente orgánico de cloruro de hidrógeno incluyen disolución de cloruro de hidrógeno/dioxano, disolución de cloruro de hidrógeno/tetrahidrofurano y disolución de cloruro de hidrógeno/dimetoxietano.

La cantidad usada del agente de cloración es normalmente 1 a 20 moles por 1 mol del producto obtenido en la etapa (B). Si se usa cloruro de hidrógeno como agente de cloración, la cantidad usada del mismo es preferentemente 5 a 15 moles por 1 mol del producto obtenido en la etapa (B).

La cloración se lleva a cabo normalmente en presencia de un disolvente. Ejemplos del disolvente incluyen disolventes de hidrocarburo aromático tales como tolueno, xileno y clorobenceno, disolventes de hidrocarburo alifático tales como hexano, heptano y ciclohexano, disolventes de éter tales como tetrahidrofurano y dioxano, y agua. Estos disolventes pueden usarse solos y dos o más de los mismos pueden mezclarse para usarse. Si se usa

cloruro de hidrógeno como agente de cloración, la cloración se realiza preferentemente en un sistema de dos fases de una fase acuosa y una fase orgánica usando un disolvente mixto de disolvente inmiscible en agua tal como disolventes de hidrocarburo aromático y disolventes de hidrocarburo alifático y agua.

- 5 Aunque la cantidad usada del disolvente no está particularmente limitada, es prácticamente 100 partes en peso o menos por 1 parte en peso del producto obtenido en la etapa (B) considerando la eficiencia del volumen.

La temperatura de cloración es normalmente 50 a 110°C.

- 10 La cloración se lleva a cabo normalmente mezclando el producto obtenido en la etapa (B) con el agente de cloración. El orden de mezcla no está particularmente limitado.

Aunque la cloración se realiza normalmente a presión normal, puede realizarse bajo presión. Con el fin de que el agente de cloración reaccione eficientemente con el producto obtenido en la etapa (B), la cloración puede realizarse

- 15 en un recipiente cerrado tal como autoclave.

El progreso de la cloración puede comprobarse por un medio analítico convencional tal como cromatografía de gases y cromatografía de líquidos.

- 20 Después de completarse la cloración se obtiene la mezcla de reacción que contiene 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencenometanol como producto. Aunque la mezcla de reacción obtenida puede usarse tal y como está para la siguiente etapa (D), es preferible que una fase orgánica que contiene 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencenometanol se obtenga realizando un postratamiento convencional tal como separación y extracción y que la fase orgánica se use para la etapa (D). Según sea necesario, el agua o un disolvente orgánico inmiscible en agua puede usarse para el postratamiento. Alternativamente, puede aislarse 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencenometanol concentrando la fase orgánica obtenida para usarla para la etapa (D).

- 30 El producto obtenido sin reaccionar en la etapa (B) está algunas veces contenido en la fase acuosa obtenida en el postratamiento anteriormente mencionado, la fase acuosa se neutraliza con una base, seguido de realización de un tratamiento tal como extracción y concentración que pueda recuperar el producto sin reaccionar obtenido en la etapa (B). Como base normalmente se usa una base inorgánica tal como hidróxido sódico, hidróxido potásico, carbonato sódico y carbonato de potasio, o una disolución acuosa de los mismos.

- 35 Se ilustrará la última etapa (D). La etapa (D) es una etapa para hidrogenar el producto obtenido en la etapa (C).

La hidrogenación se realiza normalmente poniendo en contacto el producto obtenido en la etapa (C) con hidrógeno en presencia de un catalizador metálico. Aunque la presión del hidrógeno no está particularmente limitada, es normalmente de presión normal a 1 MPa.

- 40 Como catalizador metálico se usa un catalizador metálico que contiene al menos un átomo de metal seleccionado del grupo que consiste en cobalto, hierro, níquel, platino, paladio y renio. Como catalizador metálico puede usarse el metal anteriormente mencionado o una aleación del mismo tal y como está, y pueden soportarse sobre un soporte para su uso.

- 45 Como catalizador metálico también puede usarse un catalizador de esponja-metal. En el presente documento, "catalizador de esponja-metal" significa un catalizador metálico poroso obtenido eluyendo un metal soluble en un álcali o un ácido con un álcali o un ácido de una aleación de un metal insoluble en un álcali o un ácido tal como níquel y cobalto y un metal soluble en un álcali o un ácido tal como aluminio, silicio, cinc y magnesio. Ejemplos de los mismos incluyen esponja-cobalto y esponja-níquel.

- 50 Si se usa el metal o la aleación tal y como está como catalizador metálico, se usa preferentemente el metal o la aleación que tiene un tamaño de partícula pequeño. Alternativamente, si se usa el catalizador metálico soportado sobre el soporte, ejemplos del soporte incluyen carbono activo, alúmina, sílice y zeolita, y el carbono activo es preferible desde el punto de vista de la disponibilidad, y un soporte que tiene un tamaño de partícula pequeño es preferible desde el punto de vista de la actividad de reacción.

Puede usarse un catalizador metálico que contiene agua.

- 60 Como catalizador metálico es preferible uno donde metal de paladio está soportado sobre el soporte, y es más preferible paladio/carbono.

La cantidad usada del catalizador metálico depende de su forma, y es normalmente del 0,1 al 150% en peso por 1 parte del producto obtenido en la etapa (C).

- 65 La hidrogenación se realiza normalmente en presencia de un disolvente. El disolvente no está particularmente limitado, en tanto que sea uno inerte en la reacción, y ejemplos del mismo incluyen disolventes de hidrocarburo

aromático tales como tolueno, xileno y clorobenceno, disolventes de hidrocarburo alifático tales como pentano, hexano y heptano, disolventes de éter tales como éter dietílico y éter metil-terc-butílico, disolventes de éster tales como acetato de etilo, disolventes de alcohol tales como metanol, etanol, isopropanol, n-butanol y terc-butanol, y agua. Estos disolventes pueden usarse solos y pueden mezclarse para su uso.

5 Aunque la cantidad usada del disolvente no está particularmente limitada, es prácticamente 20 partes en peso o menos por 1 parte en peso del producto obtenido en la etapa (C) considerando la eficiencia del volumen.

10 La temperatura de hidrogenación es normalmente 50 a 150°C.

Debido a que el cloruro de hidrógeno se genera junto con la progresión de la hidrogenación, la hidrogenación se lleva a cabo preferentemente en presencia de una base. Ejemplos de la base incluyen bases inorgánicas tales como hidróxidos de metales alcalinos tales como hidróxido sódico e hidróxido potásico, hidróxidos de metal alcalinotérreo tales como hidróxido de magnesio e hidróxido de calcio, carbonatos de metal alcalino tales como carbonato sódico y carbonato de potasio, carbonatos de metal alcalinotérreo tales como carbonato de magnesio y carbonato cálcico, y óxidos de metal alcalinotérreo tales como óxido de magnesio y óxido de calcio. Se prefieren óxidos de metal alcalinotérreo y es más preferible óxido de magnesio.

20 El progreso de la hidrogenación puede comprobarse por un medio analítico convencional tal como cromatografía de gases y cromatografía de líquidos.

Después de completarse la hidrogenación se obtiene la mezcla de reacción que contiene 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencenometanol como producto. El 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencenometanol puede aislarse eliminando materia insoluble tal como el catalizador metálico de la mezcla de reacción obtenido por filtración, añadiendo agua y, si fuera necesario, un disolvente orgánico inmiscible en agua para realizar el lavado, y luego concentrando la fase orgánica obtenida. Ejemplos del disolvente orgánico inmiscible en agua incluyen disolventes de hidrocarburo aromático tales como tolueno, xileno y clorobenceno, disolventes de hidrocarburo alifático tales como pentano, hexano y heptano, disolventes de hidrocarburo halogenado tales como diclorometano, dicloroetano y cloroformo, disolventes de éter tales como éter dietílico y éter metil-terc-butílico, y disolventes de éster tales como acetato de etilo. El 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencenometanol obtenido puede purificarse adicionalmente por un medio de purificación convencional tal como destilación y cromatografía en columna.

Materia insoluble tal como el catalizador metálico extraído de la mezcla de reacción puede usarse de nuevo algunas veces como catalizador metálico en la presente etapa (D) tal y como está o después de lavarse con un disolvente orgánico, agua, un ácido o una base.

Ejemplos

40 La presente invención se ilustrará en más detalle por los siguientes ejemplos. La presente invención no se limita a estos ejemplos.

Ejemplo 1 <Etapa (A)>

45 Una disolución donde fluoruro de potasio se disuelve completamente en metanol se preparó mezclando 30 g de fluoruro de potasio con 350 g de metanol, seguido de calentamiento durante 30 minutos a reflujo. En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 110 g de sulfolano, seguido de calentamiento a 140°C. A ésta se añadió gota a gota la disolución donde el fluoruro de potasio se disuelve completamente en metanol y el metanol se eliminó mediante destilación junto con la adición gota a gota. Después de completarse la adición gota a gota de la disolución y eliminar difícilmente el metanol mediante destilación, el metanol se eliminó adicionalmente mediante destilación a 160°C a 2,7 kPa para obtener una composición de fluoruro de potasio que no contenía esencialmente metanol.

55 La composición de fluoruro de potasio obtenida se enfrió a 100°C y se mezcló con 22 g de dicloruro de tetraclorotereftaloilo. La mezcla obtenida se agitó durante 3,5 horas a 145°C para realizar la reacción. La mezcla de reacción obtenida se enfrió a 100°C y luego se añadieron 100 g de tolueno a la misma, seguido de enfriamiento adicional a temperatura ambiente. A la mezcla obtenida se añadieron gota a gota 15 g de metanol, seguido de agitación durante 12 horas a temperatura ambiente, a la vez que se eliminaba el fluoruro de hidrógeno generado fuera del matraz burbujeando gas nitrógeno en su interior. Los sólidos precipitados se extrajeron por filtración y los sólidos se lavaron con 10 g de tolueno. El filtrado obtenido y el líquido de lavado se mezclaron y 100 g de agua se añadieron a la misma, y entonces el pH de la fase acuosa se ajustó a 7 con 600 mg de carbonato de potasio. La mezcla obtenida se separó en una fase orgánica y una fase acuosa. La fase orgánica obtenida se concentró con un evaporador (valor de presión reducida 10 a 100 kPa, temperatura del baño de agua 30 a 50°C) para obtener el residuo aceitoso. El residuo se mezcló con 110 g de agua y entonces los cristales se precipitaron. Además, se concentró con un evaporador (presión de operación 10 a 100 kPa, temperatura del baño de agua 30 a 50°C) para eliminar el tolueno contenido en el residuo junto con aproximadamente 5 g de agua. Después de enfriarse hasta temperatura ambiente, los cristales precipitados se filtraron y luego se secaron para obtener 17,4 g de cristales

amarillos pálidos de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo. Los cristales se analizaron por el procedimiento de porcentaje de área de la cromatografía de gases para encontrar que la pureza de los mismos era del 92%. Rendimiento: 93%.

5 Ejemplo 2 <Etapa (A)>

A un matraz de 500 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 23 g de fluoruro de potasio (secado por pulverización), 85 g de dimetilsulfona y 30 g de tolueno, seguido de calentamiento a 130°C para realizar la eliminación del agua. Después de la deshidratación, la mezcla obtenida se mantuvo a 140°C hasta que el tolueno no se eliminó mediante destilación. Además, el tolueno se eliminó casi completamente mediante destilación reduciendo la presión a 20 mm de Hg, y entonces la presión se llevó de nuevo a la presión normal, seguido de enfriamiento a 100°C para obtener una composición de fluoruro de potasio. A la composición de fluoruro de potasio obtenida se añadieron 17 g de dicloruro de tetraclorotereftaloilo y 1,5 g de tolueno, seguido de mezcla a 145°C durante 3 horas para realizar la reacción. La mezcla de reacción obtenida se enfrió a 110°C y luego se añadieron 300 g de tolueno a la misma, seguido de enfriamiento adicional a 60°C. A la mezcla obtenida se añadieron 100 g de metanol, seguido de agitación durante 10 horas a temperatura ambiente, mientras que se burbujeaba gas nitrógeno en su interior. La mezcla obtenida se concentró, y al residuo obtenido se añadieron 200 g de agua y 6,9 g de carbonato de potasio. La mezcla obtenida se agitó y luego se separó para obtener una fase orgánica. La fase orgánica se concentró y el residuo obtenido se secó para obtener 13,2 g de cristales amarillos pálidos de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo. Los cristales se analizaron por el procedimiento convencional interno de cromatografía de gases para encontrar que el contenido de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo era del 90,0% en peso. Rendimiento: 89%.

Ejemplo 3 <Etapa (A)>

25 Treinta gramos de metanol y 100 g de tolueno se cargaron en un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo y un tubo de extracción Soxhlet, y 20 g de fluoruro de potasio se cargaron en el tubo de extracción Soxhlet. El contenido en el matraz se calentó a 100°C para someter a reflujo el metanol durante 18 horas. El fluoruro de potasio en el tubo de extracción Soxhlet desapareció completamente para obtener una dispersión de fluoruro de potasio. La dispersión de fluoruro de potasio se calentó a 90 a 100°C a presión normal para eliminar 30 g de una disolución mixta de metanol y tolueno mediante destilación. A ésta se añadieron 100 g de tolueno, seguido de eliminación adicional de 100 g de una disolución mixta de metanol y tolueno mediante destilación. La mezcla obtenida que contenía fluoruro de potasio se filtró y los finos polvos obtenidos se secaron para obtener 19,7 g de polvos finos de fluoruro de potasio.

35 En un matraz de 50 ml equipado con un condensador de reflujo y un tubo para separar agua se cargaron 960 mg de los polvos finos obtenidos de fluoruro de potasio, 3 g de sulfolano y 3 g de tolueno. La mezcla obtenida se sometió a reflujo a 130°C durante 30 minutos para eliminar el agua contenida en su interior y el tolueno se eliminó adicionalmente a 140°C mediante destilación para obtener una composición de fluoruro de potasio.

40 La composición de fluoruro de potasio obtenida se enfrió a 100°C y se mezcló con 680 mg de dicloruro de tetraclorotereftaloilo. La mezcla obtenida se agitó durante 4 horas a 150°C para realizar la reacción. La mezcla de reacción obtenida se enfrió hasta temperatura ambiente y luego se añadieron 5 g de metanol a la misma, seguido de agitación a temperatura ambiente durante 1 hora. A ésta se añadieron 10 g de acetato de etilo para obtener una mezcla que contenía 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo. La mezcla obtenida se analizó por el procedimiento convencional interno de cromatografía de gases para encontrar que el rendimiento de la misma era del 70%. Alternativamente, el 2,3,5-trifluoro-6-clorotereftalato de dimetilo se generó con un rendimiento del 16% y se generó difluorodiclorotereftalato de dimetilo con un rendimiento del 11% (suma de tres isómeros).

Ejemplo 4 <Etapa (A)>

50 En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 500 g de sulfolano, seguido de calentamiento a una temperatura interna de 140°C. A un matraz Erlenmeyer de 1 l se añadieron 150 g de fluoruro de potasio y 500 g de metanol, y se obtuvo una disolución de metanol de fluoruro de potasio de la mezcla obtenida por decantación. La disolución de metanol obtenida se añadió gota a gota al sulfolano anteriormente mencionado y el metanol se destiló junto con la adición gota a gota. El metanol destilado se corrigió y se mezcló con fluoruro de potasio sólido obtenido por la decantación anterior para preparar una disolución de metanol de fluoruro de potasio. La disolución de metanol se añadió gota a gota al matraz de 200 ml anteriormente mencionado y el metanol se destiló añadiendo gota a gota. Después de destilar difícilmente el metanol, el metanol se eliminó adicionalmente mediante destilación bajo la condición de 160°C a 2,7 kPa para obtener una composición de fluoruro de potasio que no contenía esencialmente metanol.

65 La composición de fluoruro de potasio obtenida se enfrió a 100°C y se mezcló con 110 g de dicloruro de tetraclorotereftaloilo. La mezcla obtenida se agitó a 145°C durante 10 horas para realizar la reacción. La mezcla de reacción obtenida se enfrió a 100°C y luego se añadieron 300 g de tolueno a la misma, seguido de enfriamiento hasta temperatura ambiente. A la mezcla obtenida se añadieron gota a gota 75 g de metanol, seguido de agitación durante 12 horas a temperatura ambiente, a la vez que se eliminaba el fluoruro de hidrógeno generado fuera del

matraz burbujeando gas nitrógeno en su interior. Los sólidos precipitados se extrajeron por filtración. Los sólidos obtenidos se lavaron con 50 g de metanol. El filtrado obtenido y el líquido de lavado se mezclaron y 500 g de agua se añadieron a la misma, seguido de ajustar el pH de una fase acuosa a 8 con 4 g de carbonato de potasio. La mezcla obtenida se separó en una fase orgánica y una fase acuosa, y la fase orgánica obtenida se concentró con un evaporador (valor de presión reducida 10 a 100 kPa, temperatura del baño de agua 30 a 50°C) para obtener el residuo aceitoso. El residuo se mezcló con 300 g de agua y entonces precipitaron los cristales. Además, se concentró con un evaporador (presión de operación 10 a 100 kPa, temperatura del baño de agua 30 a 50°C) para eliminar el tolueno contenido en el residuo junto con aproximadamente 20 g de agua. Después de enfriarse hasta temperatura ambiente, los cristales precipitados se filtraron y luego se secaron para obtener 82,2 g de cristales amarillos pálidos de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo. Los cristales se analizaron por el procedimiento convencional interno de cromatografía de gases para encontrar que la pureza de los mismos era del 89%. Rendimiento: 85%.

Ejemplo 5 <Etapa (A)>

En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 97 g de sulfolano, seguido de calentamiento a 140°C. A ésta se añadió gota a gota una disolución donde el fluoruro de potasio se disolvió completamente en metanol, que se preparó mezclando 30 g de fluoruro de potasio con 350 g de metanol, seguido de calentamiento durante 30 minutos a reflujo, y el metanol se destiló añadiendo gota a gota. Después de completarse la adición de la disolución gota a gota y de destilarse difícilmente el metanol, a la misma se añadieron 10 g de tolueno, seguido de calentamiento adicional a 140°C. Después de destilar difícilmente el tolueno, el metanol y el tolueno residual se eliminaron adicionalmente mediante destilación bajo la condición de 160°C a 2,7 kPa para obtener una composición de fluoruro de potasio que no contenía esencialmente metanol.

La composición de fluoruro de potasio obtenida se enfrió a 100°C y se mezcló con 22 g de dicloruro de tetraclorotereftaloilo. La mezcla obtenida se agitó a 145°C durante 4 horas para realizar la reacción. La mezcla de reacción obtenida se enfrió a 100°C y luego se añadieron 100 g de tolueno a la misma, seguido de enfriamiento adicional a temperatura ambiente. La mezcla obtenida se filtró para eliminar materia insoluble. La materia insoluble obtenida se lavó con 20 g de tolueno y el filtrado obtenido y el líquido de lavado se mezclaron. La disolución obtenida se añadió gota a gota a una mezcla de 7,6 g de hidróxido potásico y 100 g de agua, y entonces los sólidos precipitados se obtuvieron por filtración. Los sólidos obtenidos se lavaron con 10 g de agua, seguido de secado para obtener cristales de ácido 2,3,5,6-tetrafluorotereftálico. El filtrado obtenido y el líquido de lavado se mezclaron y el líquido mixto obtenido se separó en una fase orgánica y una fase acuosa. La fase acuosa obtenida se concentró hasta que se redujo a aproximadamente la mitad y los sólidos precipitados se filtraron, seguido de secado para obtener cristales de ácido 2,3,5,6-tetrafluorotereftálico. Los cristales obtenidos se mezclaron para obtener 15,9 g de ácido 2,3,5,6-tetrafluorotereftálico. Los cristales se analizaron por el procedimiento de la curva de calibración absoluta de cromatografía de líquidos para encontrar que la pureza de los mismos era del 85%. Rendimiento: 88%.

Ejemplo 6 <Etapa (A)> (no parte de la invención)

En un matraz de 500 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 315 g de sulfolano, seguido de reducción de la presión a 37,3 kPa y luego calentamiento a 130°C. A ésta se añadió gota a gota una disolución preparada disolviendo 61,3 g de fluoruro de potasio en 810 g de metanol durante 6 horas, y el metanol se destiló añadiendo gota a gota. Después de completarse la adición de la disolución gota a gota y destilarse difícilmente el metanol, el metanol residual se eliminó mediante destilación bajo la condición de 160°C a 2,7 kPa para obtener una composición de fluoruro de potasio que no contenía esencialmente metanol.

La composición de fluoruro de potasio obtenida se enfrió a 120°C a presión normal y se mezcló con 45 g de dicloruro de tetraclorotereftaloilo. La mezcla obtenida se agitó a 140°C durante 4 horas para realizar la reacción. La mezcla de reacción obtenida se enfrió a 40°C. Después de reducir la presión a 2,7 kPa, se calentó a 160°C para obtener 25,2 g de la fracción de una temperatura superior de 95 a 96°C. El difluoruro de 2,3,5,6-tetrafluorotereftaloilo estuvo contenido en la fracción, y el contenido del mismo fue del 94,6% en peso. Rendimiento: 75%.

Ejemplo 7 <Etapa (B)>

En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 9,4 g de borohidruro de sodio y 100 g de tetrahidrofurano a temperatura ambiente. A ésta se añadió una disolución preparada disolviendo 28,5 g de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo en 100 g de tetrahidrofurano. La mezcla obtenida se ajustó a 60°C y luego se añadieron gota a gota a la misma 26 g de ácido clorhídrico del 35% durante 5 horas mientras se agitaba. La mezcla obtenida se agitó durante 2 horas a la misma temperatura, y luego se enfrió hasta temperatura ambiente. A la mezcla de reacción obtenida se añadieron 120 g de ácido clorhídrico del 5% en peso, seguido de agitación y reposo. La fase orgánica superior se obtuvo y a la misma se añadieron 100 g de tolueno, seguido de lavar dos veces con 30 g de agua. La fase orgánica obtenida se concentró para obtener 26,0 g de cristales blancos de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol. Los cristales se analizaron por el procedimiento convencional interno de cromatografía de líquidos para encontrar que la pureza de los mismos era del 80%. Rendimiento: 92%.

Ejemplo 8 <Etapa (B)>

En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 4,6 g de borohidruro de sodio y 50 g de tetrahidrofurano a temperatura ambiente. A ésta se añadió una disolución preparada disolviendo 14,7 g de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo en 50 g de tetrahidrofurano. La mezcla obtenida se ajustó a 60°C y luego se añadieron gota a gota a la misma 13 g de ácido sulfúrico del 45% en peso durante 5 horas mientras se agitaba. La mezcla obtenida se agitó durante 2 horas a la misma temperatura, y luego se enfrió hasta temperatura ambiente. A la mezcla de reacción obtenida se añadieron 50 g de agua, seguido de agitación y reposo. Se obtuvo la fase orgánica superior y 50 g de tolueno se añadieron a la misma, seguido de lavar dos veces con 30 g de agua. La fase orgánica obtenida se concentró para obtener 12,4 g de cristales blancos de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol. Los cristales se analizaron por el procedimiento convencional interno de cromatografía de líquidos para encontrar que la pureza de los mismos era del 85,7%. Rendimiento: 92%.

Ejemplo 9 <Etapa (B)>

En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 1,6 g de borohidruro de sodio y 30 g de tetrahidrofurano a temperatura ambiente. A ésta se añadió una disolución preparada disolviendo 5,1 g de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo en 20 g de tetrahidrofurano. A la mezcla obtenida se añadió gota a gota una disolución obtenida mezclando 4,4 g de ácido clorhídrico del 35% en peso con 6 g de tetrahidrofurano durante 5 horas mientras se agitaba a temperatura ambiente. La mezcla obtenida se agitó durante 2 horas a 25 a 30°C. A la mezcla de reacción obtenida se añadieron 30 g de ácido clorhídrico del 5% en peso, seguido de agitación y reposo. Se obtuvo la fase orgánica superior y 50 g de tolueno se añadieron a la misma, seguido de lavar dos veces con 20 g de agua. La fase orgánica obtenida se concentró para obtener 4,4 g de cristales blancos de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol. Los cristales se analizaron por el procedimiento convencional interno de cromatografía de líquidos para encontrar que la pureza de los mismos era del 85,4%. Rendimiento: 93%.

Ejemplo 10 <Etapa (B)>

En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 1,7 g de borohidruro de sodio y 30 g de tetrahidrofurano a temperatura ambiente. A ésta se añadió una disolución preparada disolviendo 6,0 g de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo, que se obtuvo en el Ejemplo 4, en 20 g de tetrahidrofurano. La mezcla obtenida se ajustó a 50°C y luego se añadió gota a gota a la misma una mezcla de disolución obtenida mezclando 10,2 g de ácido clorhídrico del 35% en peso con 10 g de tetrahidrofurano durante 5 horas mientras se agitaba. La mezcla obtenida se agitó durante 2 horas a la misma temperatura, seguido de enfriamiento hasta temperatura ambiente. A la mezcla de reacción obtenida se añadieron 30 g de ácido clorhídrico del 5% en peso, seguido de agitación y reposo. Se obtuvo la fase orgánica superior y 50 g de tolueno se añadieron a la misma, seguido de lavar dos veces con 30 g de agua. La fase orgánica obtenida se concentró para obtener 4,3 g de cristales blancos de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol. Los cristales se analizaron por el procedimiento convencional interno de cromatografía de líquidos para encontrar que la pureza de los mismos era del 89%. Rendimiento: 91%.

Ejemplo 11 <Etapa (B)>

En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 1,7 g de borohidruro de sodio y 30 g de tetrahidrofurano a temperatura ambiente. A ésta se añadió una disolución preparada disolviendo 6,0 g de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo, que se obtuvo en el Ejemplo 4, en 20 g de tetrahidrofurano. La mezcla obtenida se ajustó a 50°C y luego se añadió gota a gota una disolución obtenida mezclando 3 g de ácido acético con 10 g de tetrahidrofurano durante 5 horas mientras se agitaba. La mezcla obtenida se agitó durante 2 horas a la misma temperatura, seguido de enfriamiento a temperatura ambiente. A la mezcla de reacción obtenida se añadieron 30 g de ácido clorhídrico del 5% en peso, seguido de agitación y reposo. Se obtuvo la fase orgánica superior y 50 g de tolueno se añadieron a la misma, seguido de lavar dos veces con 30 g de agua. La fase orgánica obtenida se concentró para obtener 4,1 g de cristales blancos de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol. Los cristales se analizaron por el procedimiento convencional interno de cromatografía de líquidos para encontrar que la pureza de los mismos era del 94%. Rendimiento: 92%.

Ejemplo 12 <Etapa (B)>

En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 2,61 g de borohidruro de sodio, 26,8 g de tetrahidrofurano y 8,94 g de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo. La mezcla obtenida se ajustó a 55°C y luego se añadieron gota a gota a la misma 26,7 g de metanol durante 80 minutos mientras se agitaba. La mezcla obtenida se agitó durante 6,5 horas a la misma temperatura, seguido de enfriamiento a temperatura ambiente, y luego se agitó adicionalmente durante 20 horas. A la mezcla de reacción obtenida se añadieron gota a gota 24,5 g de ácido clorhídrico del 10% en peso durante 1 hora a 25 a 30°C, seguido de agitación durante 1 hora a la misma temperatura. Además, 8 g de disolución acuosa de hidróxido sódico del 23% en peso se añadieron a la misma, para agitar. La disolución obtenida se concentró. Al residuo concentrado se añadieron 100 g de agua y la mezcla obtenida se extrajo tres veces con 70 g de acetato de etilo. Las fases orgánicas obtenidas se mezclaron y se secaron sobre sulfato de magnesio anhidro. Después de eliminar el sulfato de magnesio por filtración, el filtrado obtenido se

concentró para obtener 6,38 g de cristales blancos de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol. Los cristales se analizaron por el procedimiento convencional interno de cromatografía de gases para encontrar que el contenido del mismo era del 92,5%. Rendimiento: 84%.

5 Ejemplo 13 <Etapa (B)>

En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 1,66 g de borohidruro de sodio, 20,0 g de éter metil-terc-butílico y 5,32 g de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo. La mezcla obtenida se ajustó a 55°C y luego se añadieron gota a gota a la misma 18,0 g de metanol durante 3 horas mientras se agitaba. La mezcla
 10 obtenida se agitó durante 5 horas a la misma temperatura, seguido de enfriamiento a temperatura ambiente. A la mezcla de reacción obtenida se añadieron gota a gota 16 g de ácido clorhídrico del 10% en peso durante 30 minutos a 25 a 30°C, seguido de agitación durante 30 minutos a la misma temperatura. Además, a la misma se añadió disolución acuosa de hidróxido sódico del 45% en peso, para ajustar el pH a 8. La disolución obtenida se concentró.
 15 Al líquido concentrado se añadieron 50 g de acetato de etilo y el procedimiento de extracción se repitió dos veces. Las fases orgánicas obtenidas se mezclaron y se secaron sobre sulfato de magnesio anhidro. Después de extraer el sulfato de magnesio por filtración, el filtrado obtenido se concentró hasta que todas las cantidades del mismo se redujeron 10 g. Al líquido concentrado se añadieron 30 g de tolueno y entonces los cristales se precipitaron. Los cristales precipitados se filtraron y se secaron para obtener 3,82 g de cristales blancos de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol. Los cristales se analizaron por el procedimiento de porcentaje de área de la
 20 cromatografía de líquidos para encontrar que el contenido del mismo era del 95,5%. Rendimiento: 87%.

Ejemplo 14 <Etapa (B)>

En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 830 mg de borohidruro de sodio, 10 g
 25 de tetrahidrofurano y 2,66 g de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo. La mezcla obtenida se ajustó a 65°C y luego se añadió gota a gota a la misma una disolución obtenida mezclando 395 mg de agua con 10 g de tetrahidrofurano durante 3 horas mientras se agitaba. La mezcla obtenida se agitó durante 2 horas a la misma temperatura, seguido de enfriamiento a temperatura ambiente. A la mezcla de reacción obtenida se añadieron gota a gota 20 g de ácido clorhídrico del 10% en peso durante 30 minutos a 25 a 30°C, seguido de agitación durante 1 hora a la misma
 30 temperatura. La mezcla obtenida se extrajo dos veces con 30 g de acetato de etilo. Las fases orgánicas obtenidas se mezclaron y se lavaron con 10 g de agua para obtener una disolución que contenía 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol. La disolución se analizó por el procedimiento convencional interno de cromatografía de líquidos para encontrar que el rendimiento del mismo era del 86%.

35 Ejemplo 15 <Etapa (B)>

En un matraz de 200 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 2,58 g de borohidruro de sodio y 25 g de dimetoxietano. La mezcla obtenida se ajustó a 50°C y luego se añadió gota a gota a la misma una disolución
 40 obtenida mezclando 6,10 g de ácido 2,3,5,6-tetrafluorotereftálico con 20 g de dimetoxietano durante 1 hora mientras se agitaba. La mezcla obtenida se agitó durante 7 horas a 60°C. A la mezcla de reacción obtenida se añadieron 20 g de tolueno, seguido de enfriamiento a 50°C. Ocho con cinco gramos de ácido clorhídrico del 35% en peso se añadieron gota a gota a la misma durante 1 hora para agitar a 60°C durante 6 horas. A la mezcla obtenida se añadieron 30 g de agua, seguido de separación en una fase orgánica y una fase acuosa. La fase acuosa se extrajo dos veces con 30 g de acetato de etilo. Las fases orgánicas obtenidas se mezclaron y se lavaron con 10 g de una
 45 disolución acuosa saturada de carbonato de potasio y luego con 10 g de agua. La fase orgánica se concentró y los sólidos obtenidos se recrystalizaron en tolueno y hexano para obtener cristales de polvo blanco de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol. Los cristales se analizaron por el procedimiento de la curva de calibración absoluta de cromatografía de líquidos para encontrar que la pureza de los mismos era del 95,1%. Rendimiento: 95%.

50 Ejemplo 16 <Etapa (B)>

En un matraz de 100 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 1,03 g de borohidruro de sodio y 9,0 g de sulfolano a temperatura ambiente, y la mezcla obtenida se calentó a 50°C. Una disolución preparada mezclando
 55 3,27 g de difluoruro de 2,3,5,6-tetrafluorotereftaloilo, 21,0 g de sulfolano y 4,3 g de tolueno se añadió gota a gota a la misma durante 20 minutos. La mezcla obtenida se agitó durante 1 hora a la misma temperatura, seguido de enfriamiento a temperatura ambiente. A la mezcla de reacción obtenida se añadieron 1,0 g de acetona, 86,7 g de tolueno y 210 g de agua, seguido de agitación y reposo. La fase orgánica superior se obtuvo y 50 g de ácido sulfúrico del 50% en peso se añadieron a la misma, y se mezcló con la fase acuosa inferior para obtener una fase acuosa que contenía 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol. La fase acuosa se analizó por el procedimiento
 60 convencional interno de cromatografía de líquidos para encontrar que el rendimiento del mismo era del 86%.

Ejemplo 17 <Etapa (C)>

En un matraz de 50 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 500 mg de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol, 3 g de tolueno y 2,5 g de ácido clorhídrico del 36% en peso, seguido de calentamiento a 90°C para realizar la reacción durante 5 horas. La mezcla de reacción se enfrió hasta temperatura ambiente y

luego se dejó reposar para separarla en una fase orgánica y una fase acuosa. La fase acuosa obtenida se extrajo dos veces con 5 g de tolueno. Las fases orgánicas obtenidas se mezclaron y se concentraron dando 545 mg de cristales blancos de alcohol 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico. Los cristales se analizaron por el procedimiento de porcentaje de área de la cromatografía de gases para encontrar que la pureza de los mismos era del 99,0%.
5 Rendimiento: 99%.

En los cristales estuvo contenido 0,8% de 1,4-bis(clorometil)-2,3,5,6-tetrafluorobenceno.

Ejemplo 18 <Etapa (C)>

10 En un matraz de 100 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 6,6 g de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol (pureza: 90%), que se obtuvo en los Ejemplos 10 y 11, 40 g de tolueno y 33 g de ácido clorhídrico del 36% en peso, seguido de calentamiento a 90°C para realizar la reacción durante 5 horas. La mezcla de reacción se enfrió hasta temperatura ambiente y luego se dejó reposar para separarla en una fase orgánica y una
15 fase acuosa. La fase acuosa obtenida se extrajo dos veces con 10 g de tolueno. Las fases orgánicas obtenidas se mezclaron y se concentraron dando 6,2 g de cristales blancos de alcohol 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico. Los cristales se analizaron por el procedimiento de porcentaje de área de la cromatografía de gases para encontrar que la pureza de los mismos era del 98,0%. Rendimiento: 93%.

20 En los cristales estuvo contenido 0,5% de 1,4-bis(clorometil)-2,3,5,6-tetrafluorobenceno.

La fase acuosa obtenida después de extraer con tolueno se neutralizó con disolución acuosa de hidróxido sódico del 5% en peso, seguido de extracción con tolueno. La fase orgánica obtenida se concentró para recuperar 0,1 g de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol.

Ejemplo comparativo 1

30 En un matraz de 100 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 13,3 g de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol (pureza: 90%), 70 g de tolueno y 16,4 g de ácido bromhídrico del 48% en peso, seguido de calentamiento a 90°C para realizar la reacción durante 4 horas. La mezcla de reacción se enfrió hasta temperatura ambiente y luego se dejó reposar para separarla en una fase orgánica y una fase acuosa. La fase acuosa obtenida se extrajo dos veces con 10 g de tolueno. Las fases orgánicas obtenidas se mezclaron y se concentraron dando 14,9 g de cristales blancos de alcohol 4-bromometil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico. Los cristales se
35 analizaron por el procedimiento de porcentaje de área de la cromatografía de gases para encontrar que la pureza de los mismos era del 90,0%. Rendimiento: 86%.

En los cristales estuvo contenido 8,0% de 1,4-bis(bromometil)-2,3,5,6-tetrafluorobenceno.

Ejemplo 19 <Etapa (C)>

40 En un autoclave de 120 ml se cargaron 7,0 g de 2,3,5,6-tetrafluorobencenodimetanol (pureza: 99,1%), 42 g de tolueno y 34,7 g de ácido clorhídrico del 35% en peso, seguido de cierre y luego calentamiento a 90°C para realizar la reacción durante 5 horas. El valor máximo de la presión durante la reacción fue 0,12 MPa (presión manométrica). La mezcla de reacción se enfrió hasta temperatura ambiente y luego se dejó reposar para separarla en una fase
45 orgánica y una fase acuosa. La fase acuosa obtenida se extrajo con 25 g de tolueno. Las fases orgánicas obtenidas se mezclaron y se concentraron para obtener 7,4 g de cristales blancos de alcohol 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico. Los cristales se analizaron por el procedimiento de porcentaje de área de la cromatografía de gases para encontrar que la pureza de los mismos era del 96,6%. Rendimiento: 94%.

50 En los cristales estuvo contenido 2,9% de 1,4-bis(clorometil)-2,3,5,6-tetrafluorobenceno.

Ejemplo 20 <Etapa (D)>

55 En un matraz de 100 ml equipado con un condensador de reflujo se cargaron 1,2 g de 5% en peso de paladio/carbón (que contiene agua del 50% en peso), 6,1 g de alcohol 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico obtenido en el Ejemplo 18 y 30 g de n-butanol. Se realizó la sustitución de la parte de la fase gaseosa dentro del matraz con nitrógeno se realizó, seguida de la sustitución con hidrógeno, y luego el matraz se equipó con un globo de goma de 1 l de volumen lleno de hidrógeno. La mezcla se calentó a 100°C para realizar la reacción durante 16 horas a la misma temperatura mientras se agitaba. La mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente. El
60 catalizador se extrajo por filtración, y el catalizador se lavó con 10 g de acetato de etilo. El filtrado y el líquido de lavado se mezclaron para concentrar para obtener cristales blancos de 4,7 g de cristales blancos de alcohol 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico. Los cristales se analizaron por el procedimiento de porcentaje de área de la cromatografía de gases para encontrar que la pureza de los mismos era del 98%. Rendimiento: 90%.

65

Ejemplo 21 <Etapa (D)>

5 En un autoclave de 120 ml se cargaron 0,16 g de 5% en peso paladio/carbón (que contiene agua del 54% en peso), 8,6 g de alcohol 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico (pureza: 92,7%), 0,6 g de agua, 1,8 g de óxido de magnesio y 52 g de metanol. Se realizó la sustitución dentro del recipiente con nitrógeno, seguida de presurización a 0,35 MPa (presión manométrica) con hidrógeno. La mezcla se calentó a 50°C para realizar la reacción durante 6 horas a la misma temperatura mientras se mantenía la presión de 0,35 MPa. La mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente. El catalizador se extrajo por filtración, y el catalizador se lavó con 43 g de tolueno. El filtrado y el líquido de lavado se mezclaron para concentrar para obtener cristales blancos de 6,9 g de cristales blancos de alcohol 4-metil-10 2,3,5,6-tetrafluorobencílico. Los cristales se analizaron por el procedimiento de porcentaje de área de la cromatografía de gases para encontrar que la pureza de los mismos era del 92,3%. Rendimiento: 94%.

Aplicabilidad industrial

15 Según la presente invención puede producirse ventajosamente alcohol 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir alcohol 4-metil-2,3,5,6-tetrafluorobencílico que comprende las siguientes etapas (A) a (D):
- 5 Etapa (A): una etapa para fluorar dicloruro de 2,3,5,6-tetraclorotereftaloilo y que contiene además una operación de mezclar la mezcla de reacción obtenida por fluoración con agua o un compuesto de alcohol C₁-C₆ para obtener ácido tetrafluorotereftálico o un diéster de ácido tetrafluorotereftálico como producto,
- 10 Etapa (B): una etapa para reducir el producto obtenido en la etapa (A) para obtener 2,3,5,6-tetrafluoro-1,4-bencenodimetanol,
- Etapa (C): una etapa para clorar el 2,3,5,6-tetrafluoro-1,4-bencenodimetanol para obtener 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencenometanol,
- Etapa (D): una etapa para hidrogenar el 4-clorometil-2,3,5,6-tetrafluorobencenometanol.
- 15 2. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la fluoración se realiza usando un fluoruro de metal alcalino en la etapa (A).
3. El procedimiento según la reivindicación 2, donde el fluoruro de metal alcalino es fluoruro de potasio.
- 20 4. El procedimiento según la reivindicación 3, donde fluoruro de potasio es una composición de fluoruro de potasio obtenida mezclando una mezcla que contiene fluoruro de potasio y 5 a 50 partes en peso de metanol por 1 parte en peso de fluoruro de potasio con un disolvente orgánico aprótico que tiene un punto de ebullición superior al del metanol, seguido de eliminación del metanol mediante destilación de la mezcla obtenida.
- 25 5. El procedimiento según la reivindicación 2, donde la fluoración se realiza en presencia de dimetilsulfona en la etapa (A).
6. El procedimiento según la reivindicación 1, donde el producto obtenido en la etapa (A) es ácido 2,3,5,6-tetrafluorotereftálico.
- 30 7. El procedimiento según la reivindicación 1, donde el producto obtenido en la etapa (A) es diéster de ácido 2,3,5,6-tetrafluorotereftálico.
8. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la reducción se realiza usando al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de borohidruro, un compuesto de hidruro de aluminio y un compuesto de hidruro de silicio en la etapa (B).
- 35 9. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la reducción se realiza usando un borohidruro de metal alcalino en la etapa (B).
- 40 10. El procedimiento según la reivindicación 9, donde el borohidruro de metal alcalino es borohidruro de sodio.
11. El procedimiento según la reivindicación 9, donde la reducción se realiza en presencia de al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un ácido, agua y un compuesto de alcohol C₁-C₁₀ en la etapa (B).
- 45 12. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la cloración se realiza usando cloruro de hidrógeno en la etapa (C).
- 50 13. El procedimiento según la reivindicación 12, donde la cloración se realiza en un sistema de dos fases en la etapa (C).
14. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la hidrogenación se realiza usando hidrógeno en presencia de un catalizador metálico en la etapa (D).
- 55 15. El procedimiento según la reivindicación 14, donde la hidrogenación se realiza en presencia de una base en la etapa (D).