

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 637 018**

51 Int. Cl.:

**C25B 3/02** (2006.01)

**C07C 43/174** (2006.01)

**C07C 43/303** (2006.01)

**C07C 45/51** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.03.2010 PCT/EP2010/053656**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.09.2010 WO10108874**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.03.2010 E 10709552 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.05.2017 EP 2411564**

54 Título: **Procedimiento electroquímico para la preparación de 3-tert.-butilbenzaldehido-dimetilacetal**

30 Prioridad:

**27.03.2009 EP 09156398**

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

**10.10.2017**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
Carl-Bosch-Strasse 38  
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**STECKER, FLORIAN;  
FISCHER, ANDREAS;  
BOTZEM, JÖRG;  
GRIESBACH, ULRICH y  
PELZER, RALF**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 637 018 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 electroquímico para la preparación de 3-tert.-butilbenzaldehido-dimetilacetal

La invención se refiere a 3-tert.-butilbenzaldehydodimetilacetal así como a un procedimiento electroquímico para la preparación de 3-tert.-butil-benzaldehydodimetilacetal.

- 5 Se conoce la preparación de benzaldehydodimetilacetales sustituidos, directamente mediante introducción electroquímica de grupo metoxilo en los correspondientes toluenos. P. Loyson, S. Gouws, B. Barton, M. Ackermann, S. Afr. J. Chem 2004, 57, 53-56 describen un procedimiento así. Es una desventaja en la introducción electroquímica de grupo metoxilo en cadenas laterales de toluenos, que pueden introducirse grupos metoxilo con rendimientos económicamente interesantes, sólo en toluenos sustituidos con radicales que empujan electrones, como tert-butilo, metilo o alcoxi. Radicales como etilo, isopropilo o isobutilo actúan concretamente así mismo empujando electrones pero sus protones bencílicos pueden ser sustituidos así mismo en la reacción electroquímica en una reacción secundaria, por grupos metoxi. De este modo no se introduce de modo uniforme un grupo metoxilo en el p-cimol para dar cuminaldehído-dimetilacetal, como se describe en F. Vaudano, P. Tissot, Electrochimica Acta 2001, 46, 875-880, puesto que también siempre el grupo isopropilo es metoxilado parcialmente. Los benzaldehydodimetilacetales sustituidos y los aldehídos que se basan en ellos son productos intermedios importantes por ejemplo en la síntesis de sustancias odoríferas de 2-metil-3-fenilpropanal, como por ejemplo ciclamenaldehído, Lysmeral®(BASF SE) o Silvial.

El documento EP 0 129 795 A2 describe un procedimiento para la preparación de benzaldehydodialquilacetales sustituidos, mediante electrooxidación de los correspondientes alquiltoluenos sustituidos, en el cual se usa un electrolito que contiene 50 a 90 % en peso de un alcohol correspondiente, 8,5 a 40 % en peso del alquiltolueno y 0,01 a 1,5 % en peso de un ácido que contiene grupos HO<sub>3</sub>S.

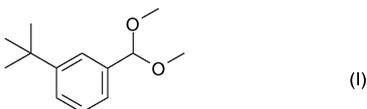
El documento EP 0 554 564 A1 manifiesta un procedimiento para la preparación de benzaldehydoacetales sustituidos, en el que los sustituyentes del compuesto aromático exhiben por lo menos un átomo de hidrógeno bencílico, mediante oxidación electroquímica de un benciléter correspondiente en presencia de un alcohol correspondiente así como en presencia de un electrolito auxiliar, en el cual se realiza la electrólisis en ambientes ácidos, neutros o débilmente básicos.

El documento EP 0 638 665 A1 manifiesta un procedimiento para la preparación de benzaldehydodialquilacetales sustituidos, mediante oxidación electroquímica de los correspondientes compuestos de tolueno sustituidos, en el cual se oxida un compuesto sustituido de tolueno en presencia de un alcohol y un electrolito auxiliar en una celda de electrólisis, y se reduce la presión de la solución de reacción así obtenida fuera de la celda de electrólisis a una presión que es 100 Pa a 1 MPa inferior a la presión en la celda de electrólisis.

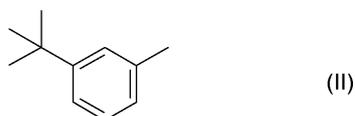
El documento EP 0 287 954 A2 manifiesta la preparación de 3-tert-butil-4-metoxi-benzaldehydodimetilacetal mediante introducción electroquímica anódica de grupo metoxilo en 3-tert-butil-4-metoxi-tolueno en presencia de metanol.

35 Fue objetivo de la presente invención suministrar un procedimiento electroquímico para la preparación de 3-tert.-benzaldehydodimetilacetal, que se distinga por un muy buen rendimiento del producto, por una muy buena selectividad de producto y por un elevado rendimiento de corriente y al respecto sea bien ejecutable a escala técnica usando materiales de partida y reactivos o sustancias auxiliares más baratos.

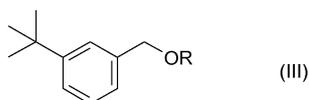
El objetivo se alcanzó mediante el desarrollo de un procedimiento para la preparación de 3-tert.-butilbenzaldehydodimetilacetal de la fórmula (I)



mediante introducción electroquímica anódica de grupo metoxilo en 3-tert.-butiltolueno de la fórmula (II)



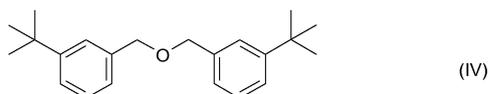
y/o compuestos de 3-tert.-butil-metilbencilo de la fórmula (III),



en la cual el radical

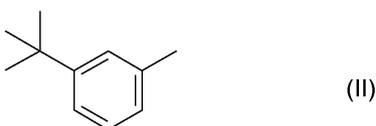
5 R es metilo o C(O)R', en el que R' representa un radical alquilo de cadena recta o ramificada con 1 a 6 átomos de carbono,

y/o di-(3-tert.-butilbencil)éter de la fórmula (IV)

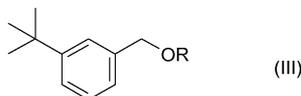


en una solución de electrólisis que comprende metanol, por lo menos una sal conductora así como dado el caso un cosolvente o varios diferentes cosolventes.

10 Como material de partida para la ejecución del procedimiento de acuerdo con la invención sirven a elección, los compuestos de 3-tert.-butiltolueno de la fórmula (II)



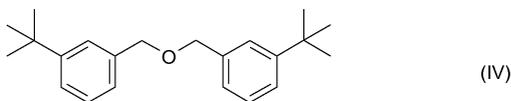
y/o los compuestos de 3-tert.-butil-metilbencilo de la fórmula (III), es decir 3-tert.-butil-metilbenciléter y/o los ésteres de la fórmula (III),



15 en la cual el radical

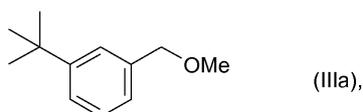
R es metilo o C(O)R', en el que R' representa un radical alquilo de cadena recta o ramificada con 1 a 6 átomos de carbono,

y/o di-(3-tert.-butilbencil)éter de la fórmula (IV)

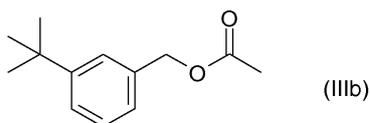


20 En el marco del procedimiento de acuerdo con la invención, los mencionados compuestos pueden ser usados en principio en cada caso solos o también en forma de cualquier mezcla de dos o todos los tres mencionados compuestos.

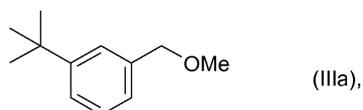
25 Entre los compuestos de la fórmula (III) utilizables de acuerdo con la invención, se prefiere el 3-tert.-butilmetilbenciléter de la fórmula (IIIa)



30 en la que Me significa metilo. En el caso de los ésteres de la fórmula (III) así mismo utilizables de acuerdo con la invención, el radical R' puede representar un radical alquilo de cadena recta o ramificada con 1 a 6 átomos de carbono, preferiblemente metilo, etilo, propilo o isopropilo, en particular preferiblemente metilo. Un compuesto de partida preferido así mismo de acuerdo con la invención es en consecuencia el acetato de la fórmula (IIIb)



5 En el marco de una forma preferida de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, como material de partida se usa solamente 3-tert.-butiltolueno de la fórmula (II). En el curso de la introducción electroquímica anódica de acuerdo con la invención de grupo metoxilo, pueden formarse de ella primero los mencionados compuestos de las fórmulas (III), en particular 3-tert.-butilmetilbenciléter de la fórmula (IIIa)



en la que Me significa metilo, los cuales entonces por su parte bajo las condiciones de reacción se transforman hasta el producto deseado 3-tert.-butilbenzaldehydodimetilacetal de la fórmula (I) o reaccionan nuevamente.

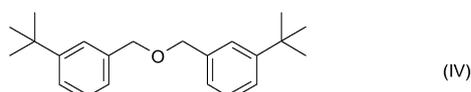
10 El 3-tert.-butiltolueno de la fórmula (II) preferido como material de partida en el marco del procedimiento de acuerdo con la invención, puede ser preparado según procedimientos conocidos, por ejemplo mediante formación de isómeros del isómeros sustituido en para, como se describe por ejemplo en el documento JP 2738093.

Por ejemplo, el 3-tert.-butilbencilmetiléter de la fórmula (IIIa) puede ser preparado mediante introducción de metoximetilo en tert.-butilbenceno con formaldehído-dimetilacetal en un catalizador de zeolita.

15 En el documento DE 199 04 900 A1 se describe la preparación de bencilmetiléter sustituido, en general a partir de alquilbencenos (tolueno, etilbenceno, isobutilbenceno, cumeno, tert.-butilbenceno etc.) mediante reacción con formaldehído-dimetilacetal en un catalizador de zeolita. Para bajos rendimientos (< 30 %) se obtienen buenas selectividades de producto, para elevados rendimientos predomina la reacción hasta diarilmetano. Otras posibilidades conocidas por los expertos para la preparación de bencilmetiléter de la fórmula (II) son la introducción de grupo metilo en 3-tert.-butilbencilalcoholes o la reacción de halogenuros de 3-tert.-butilbencilo con metanol o metanolatos en una síntesis de éter de Williamson.

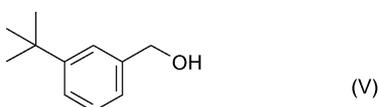
20

En otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, se usa el di-(3-tert.-butilbencil) éter de la fórmula (IV)

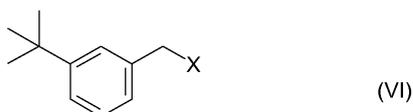


25 solo o como se describió anteriormente en forma de una mezcla con las otras posibles sustancias de partida de las fórmulas (II) y/o (III). Al respecto, se forma un equivalente del dibenciléter (IV), dos equivalentes de 3-tert.-butilbenzaldehydodimetilacetal de la fórmula (I).

El dibenciléter de la fórmula (IV) puede ser preparado por ejemplo mediante reacción del correspondiente bencilalcohol sustituido de la fórmula (V)



30 con el correspondiente halogenuro de bencilo sustituido de la fórmula general (VI).



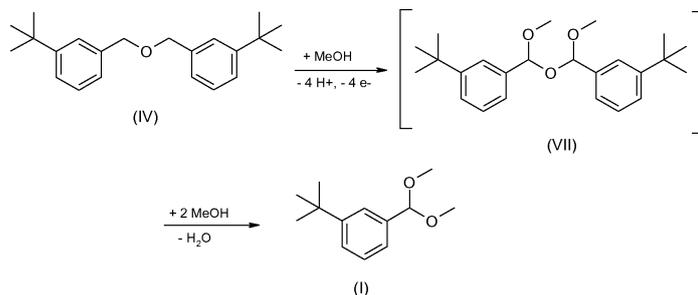
35 Al respecto, usualmente se trabaja la eliminación del protón del alcohol, en presencia de bases (Fileti, Gazz. Chim. Ital. 1884, 14, 498-501). Al respecto, la síntesis del éter puede ser conducida también mediante condensación de dos moléculas de bencilalcohol, catalizada con ácido (Fileti, Gazz. Chim. Ital. 1882, 12, 501; F. Shirini, M.A. Zolfigol, K. Mohammadi, Phosphorus, Sulfur Silicon Relat. Elem. 2003, 178 (11), 2357-2362). Para esta reacción existen numerosos otros ejemplos en la literatura.

El di-(3-tert.-butilbencil)éter de la fórmula (IV) puede ser preparado también mediante introducción de grupos

funcionales en dibenciléter no sustituido, según procedimientos pertinentes que son conocidos por los expertos, como sustitución electrofílica aromática o introducción de grupo alquilo de Friedel-Crafts. El dibenciléter es un producto de escala industrial, que es usado entre otros como plastificante.

5 En P. Loyson, S. Gouws, B. Zeelie, S. Afr. J. Chem., 2002, 55, 125-131 o en P. Loyson, S. Gouws, B. Barton, M. Ackermann, S. Afr. J. Chem., 2004, 57, 53-56 se describe la ocurrencia de alquilbencilmetiléteres como etapa intermedia de la introducción electroquímica de grupo metoxilo en alquiltoluenos, entonces como etapa intermedia de la introducción de grupo metoxilo en p-tert-butiltolueno o p-xileno. La entrada del primer grupo metoxi es al respecto la etapa determinante de la velocidad, que debido a ello transcurre sólo con rendimiento moderado.

10 En la introducción electroquímica de grupo metoxilo de dibenciléter de la fórmula (IV) se obtiene directamente el benzaldehído-dimetilacetal de la fórmula (I), en el que se atraviesa la etapa intermedia de introducción de bismetoxilo en dibenciléter (VII). Sin embargo, bajo las condiciones de reacción éste no es estable y reacciona con metanol liberando agua, hasta el compuesto de la fórmula (I).



15 En el marco del procedimiento de acuerdo con la invención, la solución de electrólisis contiene, aparte de los materiales de partida elegidos de las fórmulas (II), (III) y/o (IV), por lo menos metanol así como por lo menos una sal conductora.

20 Las sales conductoras que pueden estar presentes en la solución de electrólisis son en general sales alcalinas, de tetra(alquil C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>)amonio, preferiblemente de tri(alquil C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>)metilamonio. Como iones contrarios entran en consideración sulfatos, hidrogenosulfatos, alquilsulfatos, arilsulfatos, alquilsulfonatos, arilsulfonatos, halogenuros, fosfatos, carbonatos, alquilfosfatos, alquilcarbonatos, nitratos, alcoholatos, tetrafluorboratos o percloratos.

Además, como sales conductoras entran en consideración los ácidos derivados de los aniones mencionados anteriormente, por consiguiente por ejemplo ácido sulfúrico, ácido sulfónico así como ácidos carboxílicos.

25 Además, son adecuadas como sales conductoras también los líquidos iónicos. En "Ionic Liquids in Synthesis", editor Peter Wasserscheid, Tom Welton, editorial Wiley VCH, 2003, cap. 1 a 3 así como en el documento DE-A 102004011427 se describen líquidos iónicos adecuados.

30 En el marco del procedimiento de acuerdo con la invención son sales conductoras preferidas metiltributilamonioetilsulfato, metiltrietilamonioetilsulfato, metilsulfato de sodio, metanosulfonato de sodio y ácido sulfúrico, en particular se prefieren metanosulfonato de sodio, metiltributilamonioetilsulfato y metiltrietilamonioetilsulfato, se prefieren aún más metiltributilamonioetilsulfato y metiltrietilamonioetilsulfato y se prefiere mucho más metiltributilamonioetilsulfato. Las sales conductoras mencionadas, en particular metiltributilamonioetilsulfato y metiltrietilamonioetilsulfato pueden ser usadas solas o en forma de mezcla mutua.

35 En el marco de una forma preferida de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, se usan como sales conductoras metiltributilamonioetilsulfato y/o metiltrietilamonioetilsulfato. En particular de modo preferido como sal conductora se usa metiltributilamonioetilsulfato. Nuevamente de modo preferido, las sales conductoras mencionadas se usan solas o en forma de una mezcla de dos sales conductoras diferentes, sin embargo preferiblemente se usan solas.

40 En el marco de una forma ventajosa de realización del proceso de acuerdo con la invención, se elige la concentración de la sal conductora en la solución de electrólisis, en el intervalo de 0,1 a 20 por ciento en peso ( % en peso), preferiblemente en el intervalo de 0,2 a 15 % en peso, aún más preferiblemente de 0,25 a 10 % en peso, todavía más preferiblemente de 0,5 a 7,5 % en peso y en particular preferiblemente en el intervalo de 1 a 5 % en peso.

Otra forma preferida de realización del procedimiento de acuerdo con la invención se caracteriza porque la introducción electroquímica anódica de grupo metoxilo es ejecutada a una temperatura de la solución de

electrólisis en el intervalo de 35 a 70 °C, preferiblemente en el intervalo de 45 a 60 °C.

Además, el procedimiento de acuerdo con la invención es ejecutado de manera que la introducción electroquímica anódica de grupo metoxilo es ejecutada a una presión absoluta en el intervalo de 50 kPa a 10 MPa, preferiblemente a una presión absoluta en el intervalo de 100 kPa a 400 kPa.

5 Dado el caso, se añaden cosolventes corrientes a la solución de electrólisis. Al respecto, se trata de los disolventes inertes corrientes en general de la química orgánica, con un elevado potencial de oxidación. Por ejemplo se mencionan dimetilcarbonato o propilencarbonato. Por ello, en el marco de una forma preferida de realización, el procedimiento de acuerdo con la invención se ejecuta en presencia de dimetilcarbonato y/o propilencarbonato como cosolventes.

10 Como cosolvente es básicamente adecuada el agua, la cantidad de agua en los electrolitos es preferiblemente a 20 % en peso.

El procedimiento de acuerdo con la invención puede ser ejecutado en todos los tipos comunes de celda dividida o no dividida de electrólisis. Puede ser ejecutado con buen éxito tanto de manera discontinua como también continua. En el marco de una forma preferida de realización, el procedimiento de acuerdo con la invención es  
15 ejecutado de manera continua. Preferiblemente se trabaja de manera continua con celdas no divididas de flujo.

Son muy particularmente adecuadas las celdas capilares divididas, conectadas de modo bipolar o placas de celdas apiladas, en las cuales los electrodos están modificados como placas y están dispuestos en planos paralelos (Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, entrega electrónica 1999, sexta edición, editorial VCH Weinheim, volumen de electroquímica, capítulo 3.5 special cell designs así como capítulo 5, Organic Electrochemistry, subcapítulo 5.4.3.2 Cell Design). Como material de los electrodos se prefieren metales nobles como platino, electrodos de óxidos mixtos como RuO<sub>x</sub>TiO<sub>x</sub> (denominados electrodos DSA) o materiales que contienen carbono como grafito, carbón vidrioso o electrodos de diamante. De modo muy particularmente preferido se usan electrodos de grafito. En el marco de una forma preferida de realización, el procedimiento de acuerdo con la invención es ejecutado usando celdas placas apiladas.

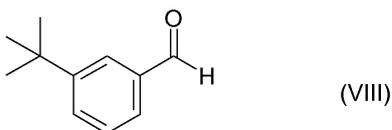
25 Las densidades de corriente a las cuales se ejecuta el procedimiento son en general de 1 a 1.000 mA/cm<sup>2</sup>, preferiblemente 10 a 100 mA/cm<sup>2</sup>. De modo particularmente preferido, el procedimiento es ejecutado a densidades de corriente entre 10 y 50 mA/cm<sup>2</sup>. En general, se trabaja a presión normal. Preferiblemente se aplican presiones mayores entonces cuando debiera trabajarse a temperaturas mayores, para evitar una ebullición de los compuestos de partida o bien del solvente.

30 Como materiales para los ánodos son adecuados por ejemplo metales nobles como platino u óxidos metálicos como rutenio u óxido de cromo u óxidos mixtos del tipo RuO<sub>x</sub>, TiO<sub>x</sub> así como electrodos de diamante. Se prefieren electrodos de grafito o de carbono.

Como materiales de los cátodos entran en consideración por ejemplo hierro, acero, acero inoxidable, níquel o metales nobles como platino, así como grafito o materiales de carbón así como electrodos de diamante. Se  
35 prefiere el sistema con grafito como ánodo y cátodo así como grafito como ánodo y níquel, acero inoxidable o acero como cátodo.

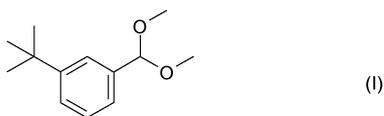
Una vez terminada la reacción, se procesa la solución de electrolitos según métodos conocidos de separación. Para ello, en general se destila primero la solución de electrolitos y se obtienen por separado los compuestos individuales en forma de diferentes fracciones. Puede ocurrir otra purificación por ejemplo mediante cristalización,  
40 extracción, destilación o cromatografía.

Otro aspecto de la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación del 3-tert.-butilbenzaldehido de la fórmula (VIII)

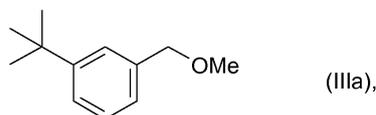


que comprende la preparación de 3-tert.-butilbenzaldehydodimetilacetal de la fórmula (I) de acuerdo con el  
45 procedimiento descrito anteriormente y subsiguiente hidrólisis. La hidrólisis mencionada puede ser llevada a cabo según procedimientos de por sí conocidos por los expertos, por ejemplo mediante puesta simple en contacto del compuesto de la fórmula (I) con agua o un ácido por ejemplo ácido clorhídrico, sulfúrico o también acético diluido.

La presente invención se refiere en otro aspecto a 3-tert.-butilbenzaldehydodimetilacetal de la fórmula (I)

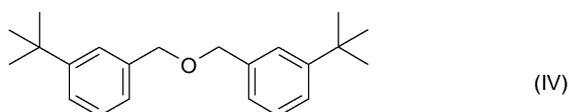


La presente invención se refiere en otro aspecto a 3-tert.-butil-benciléter de la fórmula (IIIa)

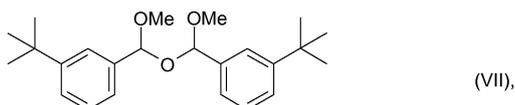


en la que Me significa metilo.

5 La presente invención se refiere en otro aspecto a di-(3-tert.-butilbencil)éter de la fórmula (IV)



Finalmente, la presente invención se refiere en otro aspecto al compuesto de la fórmula (VII) que pasa como intermedio



10 en el que Me significa metilo.

Mediante los siguientes ejemplos se ilustra en más detalle la invención.

### Ejemplos 1 a 5: preparación de 3-tert.-butilbenzalhidodimetilacetal de la fórmula (I)

#### Ejemplo 1:

15 Para la introducción electroquímica de grupo metoxilo en 3-tert-butiltolueno de la fórmula (II) se realizó electrólisis a un electrolito consistente en 105 g del compuesto de la fórmula (II), 1,9 g de ácido sulfúrico (96-98 %) como sal conductora y 593,1 g de metanol a 45 °C y una densidad de corriente de 34 mA/cm<sup>2</sup> en una celda no dividida de rendija capilar con 10 electrodos redondos de grafito (A = 32 cm<sup>2</sup>), por el tiempo necesario para alcanzar una cantidad de carga de 15 F/mol de compuesto de la fórmula (II). El procesamiento por destilación produjo 33,3 g del compuesto de la fórmula (I) así como 7,5 g de 3-tert-butilbencilmetiléter, correspondiente a un rendimiento total de acetal y éter de 30 %.

20

#### Ejemplo 2:

25 Para la introducción electroquímica de grupo metoxilo en el compuesto de la fórmula (II) se realizó electrólisis a un electrolito consistente en 140 g del compuesto de la fórmula (II), 1,9 g de ácido sulfúrico (96-98 %) y 3,47 g de metilato de sodio (30 % en metanol) como sal conductora y 554,6 g de metanol a 45 °C y una densidad de corriente de 22 mA/cm<sup>2</sup> en una celda no dividida de rendija capilar con 10 electrodos redondos de grafito (A = 32 cm<sup>2</sup>), por el tiempo necesario para alcanzar una cantidad de carga de 15 F/mol de compuesto de la fórmula (II). El procesamiento por destilación produjo 54,5 g del compuesto de la fórmula (I) así como 17,0 g de 3-tert-butilbencilmetiléter, correspondiente a un rendimiento total de acetal y éter de 38 %.

#### Ejemplo 3:

30 Para la introducción electroquímica de grupo metoxilo en el compuesto de la fórmula (II) se realizó electrólisis a un electrolito consistente en 105 g del compuesto de la fórmula (II), 14 g de metiltributilamoniosulfato (MTBS, 60 % in metanol) como sal conductora y 581 g de metanol a 53 °C y una densidad de corriente de 22 mA/cm<sup>2</sup> en una celda no dividida de rendija capilar con 10 electrodos redondos de grafito (A = 32 cm<sup>2</sup>), por el tiempo necesario para alcanzar una cantidad de carga de 18 F/mol de compuesto de la fórmula (II). El procesamiento por destilación produjo 48,3 g del compuesto de la fórmula (I) así como 10,5 g de 3-tert-butilbencilmetiléter, correspondiente a un rendimiento total de acetal y éter de 41 %.

35

**Ejemplo 4:**

5 Para la introducción electroquímica de grupo metoxilo en el compuesto de la fórmula (II) se realizó electrólisis a un electrolito consistente en 14 g del compuesto de la fórmula (II), 1,4 g de metiltrietilamoniosulfato (MTES) como sal conductora y 54,6 g de metanol a 53 °C y una densidad de corriente de 22 mA/cm<sup>2</sup> en una celda no dividida de vaso de precipitados de vidrio (A = 10 cm<sup>2</sup>), por el tiempo necesario para alcanzar una cantidad de carga de 14 F/mol de compuesto de la fórmula (II). El procesamiento por destilación produjo 9,99 g del compuesto de la fórmula (I) así como 0,54 g de 3-tert-butilbencilmetiléter, correspondiente a un rendimiento total de acetal y éter de 54 %.

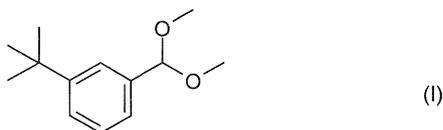
**Ejemplo 5:**

10 Para la introducción electroquímica de grupo metoxilo en el compuesto de la fórmula (II) se realizó electrólisis a un electrolito consistente en 14 g del compuesto de la fórmula (II), 0,42 g de metanosulfonato de sodio como sal conductora y 55,6 g de metanol a 53 °C y una densidad de corriente de 22 mA/cm<sup>2</sup> en una celda no dividida de vaso de precipitados de vidrio (A = 10 cm<sup>2</sup>), por el tiempo necesario para alcanzar una cantidad de carga de 19 F/mol de compuesto de la fórmula (II). El procesamiento por destilación produjo 8,75 g del compuesto de la fórmula (I) así como 0,42 g de 3-tert-butilbencilmetiléter, correspondiente a un rendimiento total de acetal y éter de 47 %.

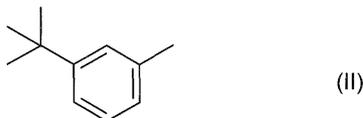
15

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de 3-tert.-butilbenzalhedidimetilacetal de la fórmula (I)

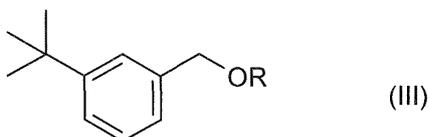


mediante introducción electroquímica anódica de grupo metoxilo de 3-tert.-butiltolueno de la fórmula (II)



5

y/o compuestos de 3-tert.-butilbencil de la fórmula (III),

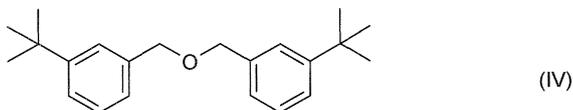


en los que el radical

10

R significa metilo o C(O)R', en donde R' representa un radical alquilo de cadena recta o ramificada con 1 a 6 átomos de carbono,

y/o di-(3-tert.-butilbencil)éter de la fórmula (IV)



en una solución de electrólisis que comprende metanol, por lo menos una sal conductora así como dado el caso un cosolvente o varios diferentes cosolventes.

15 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** como material de partida se usa solamente 3-tert.-butiltolueno de la fórmula (II).

3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** como sal conductora se usa metiltributilamoniosulfato y/o metiltriethylamoniosulfato.

20 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** como sal conductora se usa metiltributilamoniosulfato.

5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** como cosolventes se usan dimetilcarbonato y/o propilencarbonato.

6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** la concentración de la sal conductora en la solución de electrólisis es elegida en el intervalo del 0,1 al 20 por ciento en peso ( % en peso).

25 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** la introducción electroquímica anódica de grupo metoxilo es ejecutada a una temperatura de la solución de electrólisis en el intervalo de 35 a 70 °C.

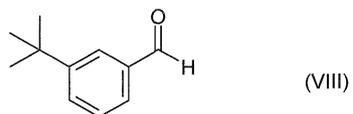
30 8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** la introducción electroquímica anódica de grupo metoxilo es ejecutada a una presión absoluta en el intervalo de 500 a 100.000 mbares.

9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** la introducción electroquímica anódica de grupo metoxilo es ejecutada a una densidad de corriente en el intervalo de 10 a 100 mA/cm<sup>2</sup>.

10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** la introducción electroquímica anódica de grupo metoxilo es ejecutada usando una celda de placas apiladas.

11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** la introducción electroquímica anódica de grupo metoxilo es ejecutada continuamente.

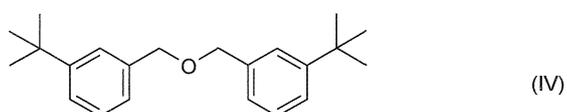
5 12. Procedimiento para la preparación de 3-tert.-butilbenzaldehido de la fórmula (VIII)



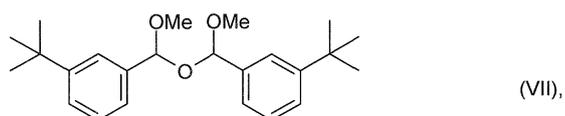
que comprende la preparación de 3-tert.-butilbenzaldehydodimetilacetal de la fórmula (I) de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11 e hidrólisis subsiguiente.

13. 3-tert.-butilbenzaldehydodimetilacetal.

10 14. Di-(3-tert.-butilbencil)éter de la fórmula (IV)



15. Compuesto de la fórmula (VII)



en la que Me significa metilo.

15