

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 646 264**

51 Int. Cl.:

C07C 46/08 (2006.01)

C07C 50/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.06.2014 PCT/EP2014/063425**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.01.2015 WO15000767**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.06.2014 E 14733613 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.08.2017 EP 3016928**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de 2,3,5-trimetilbenzoquinona mediante oxidación de 2,3,6-trimetilfenol**

30 Prioridad:

02.07.2013 EP 13174688

02.07.2013 US 201361841946 P

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

13.12.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**DEHN, RICHARD;
KRAUS, MICHAEL;
DEHN, MARTINE;
DANZ, MANUEL y
TELES, JOAQUIM HENRIQUE**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 646 264 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 la preparación de 2,3,5-trimetilbenzoquinona mediante oxidación de 2,3,6-trimetilfenol

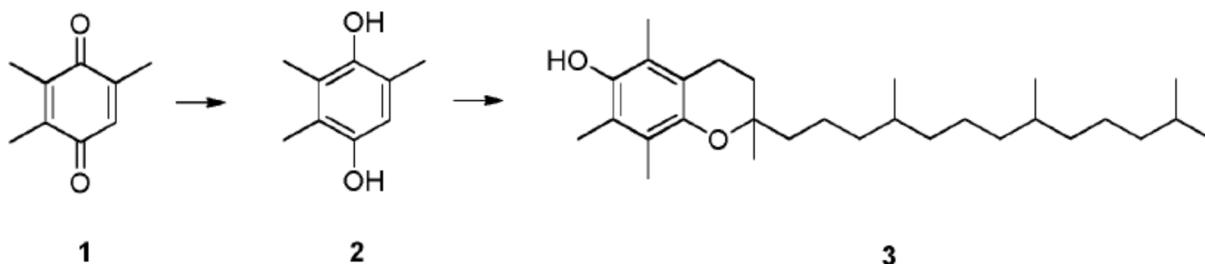
Es objetivo de la presente invención un procedimiento para la preparación de 2,3,5-trimetilbenzoquinona o de una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona que comprende el paso siguiente: oxidación de 2,3,6-trimetilfenol con oxígeno o un gas que contiene oxígeno en un medio de reacción bifásico o polifásico en presencia de un catalizador o un sistema catalizador que contiene al menos un haluro de cobre (II) para obtener una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona, caracterizado porque el medio de reacción contiene agua y al menos un alcohol alifático acíclico secundario con 6 o más, de preferencia 7 o más átomos de carbono.

Aquí también se describe una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona, en cuyo caso la mezcla puede prepararse o se prepara mediante el procedimiento según la invención.

Además, aquí se describe el uso de un alcohol alifático, acíclico, secundario con 6 o más, de preferencia 7 o más átomos de carbono como disolvente en la oxidación de 2,3,6-trimetilfenol en 2,3,5-trimetilbenzoquinona.

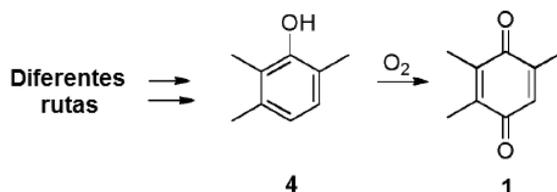
Además, también se describe el uso de la 2,3,5-trimetilbenzoquinona preparada de acuerdo con el procedimiento según la invención o de la mezcla preparada de acuerdo con el procedimiento según la invención, la cual contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona en la síntesis de vitamina E, principalmente para la preparación de 2,3,6-trimetilhidroquinona.

La 2,3,6-trimetilbenzoquinona (1) es muy importante como producto previo para la síntesis industrial de α -tocoferol = vitamina E (3). Para este propósito primero se hidrogena catalíticamente (1) en 2,3,6-trimetilhidroquinona (2) y a continuación se condensa con isofitol usando un ácido de Lewis como catalizador, para formar (3) (esquema 1).



Esquema 1: Síntesis industrial de α -tocoferol (3).

Para la síntesis de (1) se conoce una serie de síntesis realizadas industrialmente. Casi todos los procedimientos conocidos del estado de la técnica usan para la síntesis de (1) la oxidación de 2,3,6-trimetilfenol (4), que a su vez puede obtenerse por rutas diferentes. Para la oxidación de (4) en (1) se usa preferiblemente oxígeno como medio de reacción económico (esquema 2).



Esquema 2: Síntesis de 2,3,6-trimetilbenzoquinona (1).

Los procedimientos más eficientes para la oxidación de (4) en (1) usan haluros de cobre (II) o complejos de halógeno-cobre (II) como catalizadores. Sin embargo, estos procedimientos también están afectados con problemas. Por ejemplo pueden mencionarse el reciclado complejo del disolvente usado y/o del catalizador usado y ante todo la formación de subproductos no deseados. Particularmente, es de resaltar la formación de subproductos halogenados, por lo regular clorados, que se descomponen durante el tratamiento liberando HCl y conducen de esta manera a pérdidas del producto valioso (1).

La publicación DE 2 221 624 describe la oxidación de 2,3,6-trimetilfenol con oxígeno en presencia de haluros de cobre, preferentemente cloruro de cobre (II)-dihidrato, en disolventes hidrosolubles o miscibles ilimitadamente con agua, preferentemente dimetilformamida. Sin embargo, este procedimiento tiene la desventaja de que es complicado aislar el producto de la mezcla de reacción y reintroducir el catalizador.

- La publicación EP 127 888 describe el uso de complejos de haluro de cobre (II) que tienen la fórmula general $MI[Cu(II)_mX_n]_p$, como por ejemplo $Li[CuCl_3]$ o $K_2[CuCl_4]$, como catalizadores para la oxidación de 2,3,6-trimetilfenol con oxígeno en una mezcla de agua y un alcohol alifático con 4 a 10 átomos de carbono en calidad de disolvente. Puesto que el disolvente presenta un vacío en la miscibilidad con agua, la reacción tiene lugar en una mezcla de dos fases líquidas. De esta manera se logran altas velocidades de reacción y el catalizador puede reintroducirse fácilmente como una solución acuosa mediante una separación de fases. Los alcoholes alifáticos empleados pueden contener 4 a 10 átomos de carbono, preferentemente 5 a 10 átomos de carbono. Como disolventes preferidos se mencionan alcoholes primarios, por ejemplo n-butanol, alcohol n-amílico, alcohol isoamílico, n-hexanol, 2-etilhexanol, n-heptanol, n-octanol, n-nonanol y n-decanol.
- La publicación EP 167 153 describe el uso del mismo catalizador que en la publicación EP 127 888 en una mezcla de agua y alcoholes alifáticos con 5 a 10 átomos de carbono en calidad de disolvente. Se prefieren alcoholes primarios, por ejemplo alcohol n- amílico, alcohol isoamílico, n-hexanol, 2-etilhexanol, n-heptanol, n-octanol, n-nonanol y n-decanol. La reacción se realiza en un procedimiento de "semilotes", por lo cual se forman menos subproductos. Además, la reacción puede controlarse fácilmente y se necesita menos catalizador.
- La publicación EP 294 584 describe el uso de una mezcla de cloruro de cobre (II) y cloruro de litio como catalizador y como disolvente una mezcla acuosa de un hidrocarburo aromático y un alcohol alifático con 1 a 4 átomos de carbono. Por ejemplo pueden mencionarse los alcoholes primarios metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-nutanol, 2-butanol y ter-butanol. De hecho también se mencionan algunos alcoholes secundarios y terciarios, pero solamente en combinación con un hidrocarburo aromático. Además, estos alcoholes presentan máximo 4 átomos de carbono. La comparación de los ejemplos 9 y 11 de la publicación EP 294 584 muestra además, que el uso de isopropanol como alcohol secundario conduce a rendimientos más bajos que el uso de n-propanol (91,6 vs. 94.1 % en condiciones por demás idénticas). Además, el uso de una mezcla de disolventes da lugar a un procedimiento de reciclaje de disolventes que es ostensiblemente complicado.
- La publicación EP 369 823 describe el uso de cloruro de cobre (II) en combinación con determinados compuestos de nitrógeno (sales de hidroxilo-amonio, oximas o sales de amonio) en calidad de catalizador. Como disolventes se emplean preferiblemente alcoholes ramificados que tienen 3 a 6 átomos de carbono y de modo muy particularmente preferido alcoholes terciarios como ter-butanol o alcohol ter-amílico. Sin embargo, los mejores rendimientos de (1) logrados aquí (ejemplo 55: 94,5 % con alcohol ter-amílico y 95 % con ter-butanol) se encuentran en el mejor de los casos al mismo nivel que el descrito en las publicaciones más antiguas del estado de la técnica, que no necesitan la adición de compuestos de nitrógeno.
- M. Shimizu et al. (Bull. Chem. Soc. Jpn. 65 (1992) 1522) divulgan un procedimiento para la oxidación de (4) usando mezclas de cloruro de Cu(II) e hidroclouros de diferentes aminas, hidroxilamina u oximas como un sistema catalizador. Aquí también se usan como disolventes, además de alcoholes primarios, alcoholes secundarios tales como isopropanol, sec-butanol, 2-pentanol y 3-pentanol, ter-butanol y alcohol ter-amílico sin que sea evidente una ventaja particular al emplear alcoholes secundarios. El uso preferido de hidroxilamina como adición que se consume durante la oxidación hace que este procedimiento no sea atractivo.
- La publicación EP 475 272 describe el uso de mezclas de cloruro de cobre (II) y cloruros de metal alcalinotérreo, principalmente $MgCl_2$, como catalizador. En calidad de disolventes se especifican alcoholes alifáticos saturados que tienen 5 a 10 átomos de carbono. Como particularmente preferidos se mencionan 1-pentanol, 1-hexanol, 1-heptanol, 1-octanol, 1-nonanol, 1-decanol, 2-etil-1-hexanol y ciclohexanol, es decir alcoholes primarios con excepción de ciclohexanol.
- La publicación EP 1 092 701 describe el uso de mezclas de cloruro de cobre (II) y otros cloruros de metal del grupo de Fe, Cr, Mn, Co, Ni, Zn o tierras raras como catalizador. Como disolventes se listan alcoholes alifáticos ramificados y no ramificados con 5 a 10 átomos de carbono. Como particularmente preferido se mencionan 1-pentanol, 1-hexanol, 1-heptanol, 1-octanol, 1-nonanol, 1-decanol, 2-etil-1-hexanol y ciclohexanol, es decir alcoholes primarios, con excepción de ciclohexanol.
- La publicación JP 55 072 136 describe el uso de cloruro de cobre (II)-dihidrato como catalizador en polietilenglicoles tales como, por ejemplo, $CH_3O(CH_2CH_2O)_9CH_3$, en calidad de disolvente. La mezcla de reacción puede tratarse en medio acuoso para reintroducir el catalizador. El producto deseado se separa mediante destilación como una sustancia con un punto bajo de ebullición. Sin embargo, este procedimiento tiene la desventaja de que los subproductos con alto punto de ebullición se concentran en el disolvente y solamente pueden retirarse con dificultad.
- Tal como todos los procedimientos a base de haluros de Cu en calidad de catalizadores, los procedimientos antes descritos también tienen desventajas fundamentales que se originan de la formación de subproductos organoclorados. Estos subproductos se generan durante la realización de la reacción de oxidación y resultan de la cloración del reactante (4), del producto (1), y opcionalmente del disolvente 1-hexanol. La figura 1 muestra algunos subproductos típicos aunque sin proporcionar un listado completo.

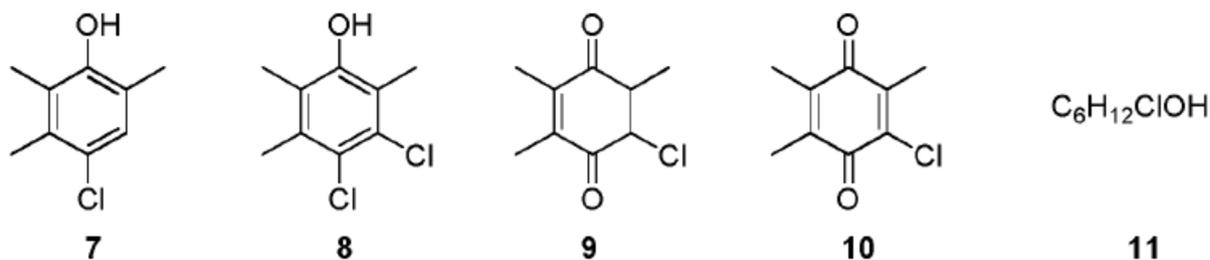


Figura 1: subproductos típicos en la oxidación de 2,3,6-trimetilfenol (4) en 2,3,6-trimetilbenzoquinona (1).

Las reacciones de cloración que ocurren provocan una pérdida directa de selectividad en la reacción de oxidación deseada y además, opcionalmente, una pérdida de disolvente que tiene que compensarse adicionando disolvente fresco. Al mismo tiempo, la fase de catalizador se ve empobrecida de cloruro, por lo cual la fase de catalizador tiene que tratarse con ácido clorhídrico a intervalos regulares para la regeneración.

Los subproductos organoclorados disocian además - principalmente en caso de carga térmica - cloruro de hidrógeno, el cual conduce a problemas considerables de corrosión en las partes correspondientes de la planta (por ejemplo en las columnas de destilación en las cuales se calienta la mezcla de reacción), por lo cual tienen que usarse aceros especiales costosos para casi todas las zonas de la planta. Además, el hidrógeno de cloro induce reacciones de descomposición del producto valioso (1), lo cual da lugar a pérdidas de rendimiento, principalmente en el fondo de la columna de destilación. Los subproductos organoclorados (por ejemplo los compuestos (7) - (11) que se representan en la figura 1) tienen por lo regular puntos de ebullición que son similares al del disolvente o al del producto, lo cual dificulta la separación por destilación de la mezcla de reacción y causa pérdidas tanto del producto como del disolvente en las fracciones de los compuestos con punto intermedio de ebullición. Las impurezas organocloradas también envenenan el catalizador de hidrogenación de la reacción subsiguiente de quinona (1) en hidroquinona (2).

Para impedir estas desventajas, en general se realizan pasos de tratamiento adicionales. La publicación EP 0 216 351 divulga un concepto para la separación de subproductos organoclorados a partir de descargas crudas provenientes de la oxidación, mediada por CuCl_2 , de (4) en (1). El agotamiento de los subproductos se efectúa aquí mediante un lavado de base. Pero el lavado de base no es particularmente efectivo ya que significa siempre un compromiso entre la reducción de compuestos organoclorados y pérdidas de producto. Si bien esta medida hace posible en total una conversión técnica del procedimiento según el esquema 3, no obstante, debido al paso adicional del procedimiento el lavado de base da lugar a costes elevados de inversiones de producción, a pérdidas de rendimiento y de esta manera en total solamente a un alivio del problema descrito aquí.

Un primer objetivo de la presente invención es, por lo tanto, suministrar un procedimiento para la preparación de 2,3,5-trimetilbenzoquinona o de una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona mediante oxidación de 2,3,6-trimetilfenol en presencia de un catalizador o un sistema catalizador que contiene al menos un haluro de cobre (II), el cual presenta todas las ventajas del procedimiento conocido del estado de la técnica, pero minimiza la formación de subproductos clorados no deseados.

Un objetivo preferido de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la preparación de 2,3,5-trimetilbenzoquinona o de una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona mediante oxidación de 2,3,6-trimetilfenol en presencia de un catalizador o un sistema catalizador que contiene al menos un haluro de cobre (II), el cual impide en gran medida la formación de sus productos clorados para de esta manera mejorar la selectividad de la reacción, minimizar la pérdida de disolvente por cloración del disolvente y opcionalmente impedir la necesidad de pasos adicionales de tratamiento, así como del uso de materiales especiales.

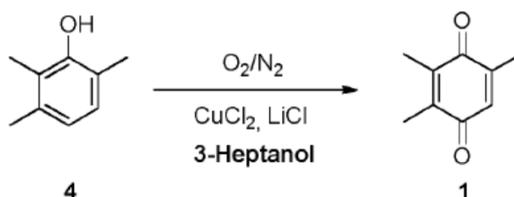
Se ha encontrado sorprendentemente ahora que usando un alcohol alifático acíclico secundario que tiene 6 o más, de preferencia 7 o más átomos de carbono, en calidad de disolvente en la oxidación de 2,3,6-trimetilfenol en presencia de un catalizador o un sistema catalizador que contiene al menos un haluro de cobre (II) puede suprimirse mucho la formación de subproductos clorados mientras se mantienen simultáneamente todas las desventajas conocidas del estado de la técnica. Por lo tanto, es objetivo de la presente invención un procedimiento para la preparación de 2,3,5-trimetilbenzoquinona o de una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona que comprende el siguiente paso: oxidación de 2,3,6-trimetilfenol con oxígeno o un gas que contiene oxígeno en un medio de reacción bifásico o polifásico en presencia de un catalizador o un sistema catalizador que contiene al menos un haluro de cobre (II) en una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona, **caracterizado porque** el medio de reacción contiene agua y al menos un alcohol alifático acíclico secundario que tiene 6 o más, de preferencia 7 o más, átomos de carbono.

En el procedimiento según la invención puede prescindirse del uso de aceros especiales así como de un lavado de base. El producto crudo es ostensiblemente más estable bajo carga térmica durante la purificación por destilación,

por lo cual se minimizan las pérdidas de rendimiento y simultáneamente se obtiene un producto más puro y, por lo tanto, de mayor valor.

En teoría, para el procedimiento según la invención son adecuados todos los alcoholes alifáticos acíclicos que contienen 6 o más, de preferencia 7 o más átomos de carbono. Particularmente se prefiere el uso de 3-heptanol.

- 5 En una configuración ventajosa del procedimiento de la invención, la oxidación de 2,3,6-trimetilfenol (4) se realiza con un gas de nitrógeno que contiene oxígeno en un medio bifásico de reacción, en presencia de cantidades subestequiométricas de un catalizador de CuCl_2 y cantidades estequiométricas de LiCl (esquema 3).



Esquema 3: Configuración ventajosa del procedimiento según la invención

- 10 En el procedimiento según la invención se disminuye ostensiblemente la formación de subproductos organoclorados en la reacción de oxidación de 2,3,6-trimetilfenol (4) en 2,3,5-trimetilbenzoquinona (1).

Además de la reducción significativa de los subproductos organoclorados, en las descargas de la reacción realizada en alcoholes secundarios se encuentran en cantidades ostensiblemente reducidas de iones de metal o iones de cloruro, así como ostensiblemente menos agua. Esto facilita la extracción para la recuperación del catalizador disuelto en la fase orgánica. Puesto que la separación de fases durante el tratamiento acuoso se efectúa ostensiblemente más rápido, el concepto de tratamiento se abrevia y se simplifica ostensiblemente en comparación con el uso de alcoholes primarios como disolvente. Puesto que, además, la hidrosolubilidad de alcoholes secundarios es menor en comparación con alcoholes primarios de igual número de carbonos también se reduce la pérdida de disolvente durante la extracción.

- 15
- 20 En la configuración ventajosa, antes descrita, del procedimiento según la invención, la mezcla de reacción se compone de una fase de catalizador acuosa, inferior y una fase orgánica superior que contiene disolvente, sustrato y productos de reacción. A esta mezcla bifásica se alimenta una corriente de oxígeno/nitrógeno mientras se agita. El procedimiento se efectúa de preferencia de manera discontinua.

- 25 En una configuración ventajosa del procedimiento según la invención, la mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona se lava en un paso (ii) con una solución alcalina acuosa.

Además, según la invención se prefiere que la oxidación se realice a una temperatura entre 50 °C y 65 °C, de preferencia a una temperatura entre 53 y 58 °C.

Además, según la invención se prefiere que la oxidación se realice durante un lapso de tiempo de 4 a 8 horas, de preferencia durante un lapso de tiempo de 5-7 horas.

- 30 En una configuración preferida del procedimiento según la invención, después de efectuada la oxidación en un paso, el medio de reacción se somete a una separación de fases (iii) y la fase orgánica es extraída para la recuperación del catalizador disuelto en la fase orgánica.

- 35 Aquí también se describe una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona, en la cual la mezcla puede prepararse o se prepara mediante el procedimiento según la invención. Mediante el procedimiento según la invención puede obtenerse una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona, la cual presenta un contenido de cloro de menos de 0.5 g/100g y/o un contenido de litio de menos de 0.3 g/100g y/o un contenido de cobre de menos de 240 mg/kg.

Aquí se describe además el uso de un alcohol alifático acíclico secundario que tiene 6 o más, de preferencia 7 o más átomos de carbono en calidad de disolvente durante la oxidación de 2,3,6-trimetilfenol en 2,3,5-trimetilbenzoquinona.

- 40 Además, aquí se describe el uso de la 2,3,5-trimetilbenzoquinona que se prepara de acuerdo con el procedimiento según la invención o de una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona, que se prepara según el procedimiento de la invención, en la síntesis de vitamina E, principalmente para la preparación de 2,3,6-trimetilhidroquinona.

La invención se explica más detalladamente por medio de los siguientes ejemplos.

Análisis:

5 Al final de los experimentos a modo de ejemplo se separaron las fases, se pesaron por separado y se analizaron las bases orgánicas. La determinación cuantitativa del contenido de (1) y (4) en las bases orgánicas se efectuó mediante cromatografía de gases. La determinación del contenido total de cloro se efectuó mediante análisis elemental y el contenido de iones de cloruro fue determinado por medio de titulación potenciométrica con una solución de nitrato de plata. La diferencia de los dos valores da lugar al contenido de cloro enlazado orgánicamente. La determinación cuantitativa de cobre y de litio se efectuó mediante espectroscopia de emisión atómica (ICP-OES).

Ejemplos 1 a 10:

10 Un reactor de acero de 4 l fue alimentado con 657 g de un medio acuoso de reacción que se componía de 151 g de $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 150 g de LiCl y 365 g de agua, así como 818 g del alcohol que servía como disolvente. Agitando esta mezcla bifásica se llevó a la temperatura inicial T_D deseada y a través de esta se hizo fluir una mezcla de gases que contenía oxígeno a presión normal. Cuando se logró la temperatura T_D , se introdujo con una velocidad constante una solución al 60 % de 500 g de 2,3,5-trimetilfenol (4) al alcohol que servía como disolvente durante un lapso de tiempo de t_D . Para completar la reacción se continuó agitando durante un lapso de tiempo t_R a la temperatura T_R .

15 Después de terminada la reacción y de enfriar a temperatura ambiente, se separaron las fases, se pesaron individualmente y se analizaron las bases orgánicas. La conversión de (4) en todos los casos fue completa (>99,9 %). El rendimiento de quinona (1) varía sólo un poco y se encuentra en todos los experimentos en el intervalo de 90-95 %. Los resultados se exponen en la tabla 1.

20 Tal como se muestra mediante una comparación de los ejemplos según la invención (E 2, 4, 6, 8, 10) con los ejemplos comparativos correspondientes (C 1, 3, 5, 7, 9), los contenidos de cloro enlazado orgánicamente a realizar la reacción en un alcohol secundario usado según la invención se encuentran en promedio 3,5 veces más bajos que en el caso del uso de un alcohol primario. El contenido total de cloro, cobre y litio en la fase orgánica también es ostensiblemente más bajo (en promedio 6 veces para el cloro total, 4,5 para el cobre y 18 veces para el litio).

Tabla 1: resultados de los experimentos de oxidación (E: según la invención, C: experimentos comparativos).

| No. | Disolvente | t _D , h | T _D , °C | t _R , h | T _R , °C | O ₂ , NL/h | N ₂ , NL/h | Cl _{tot} , g/100g | Cl ⁻ , g/100g | Cl _{organ} , g/100g | Cu _i , g/100g | Li, mg/kg |
|-----|------------|--------------------|---------------------|--------------------|----------------------|-----------------------|-----------------------|----------------------------|--------------------------|------------------------------|--------------------------|-----------|
| C1 | 1-hexanol | 3,25 | 58 | 2,75 | 58 | 90 | 60 | 2,3 | 2,2 | 0,1 | 1,2 | 2100 |
| E2 | 3-heptanol | 3,25 | 58 | 2,74 | 58 | 90 | 60 | 0,31 | 0,27 | 0,04 | 0,22 | 70 |
| C3 | 1-hexanol | 2,00 | 53 | 4,00 | 65 | 90 | 60 | 2,5 | 2,3 | 0,2 | 1,1 | 2100 |
| E4 | 3-heptanol | 2,00 | 53 | 4,00 | 65 | 90 | 60 | 0,31 | 0,26 | 0,05 | 0,21 | 65 |
| C5 | 1, hexanol | 1,00 | 53 | 5,00 | 58 | 150 | 0 | 2,2 | 2,1 | 0,1 | 1,1 | 1800 |
| E6 | 3-heptanol | 1,00 | 53 | 5,00 | 58 | 150 | 0 | 0,29 | 0,28 | 0,01 | 0,21 | 60 |
| E7 | 3-heptanol | 1,00 | 53 | 5,00 | 53 | 150 | 0 | 0,34 | 0,27 | 0,07 | 0,21 | 70 |
| | | | | | ° C 4 h 58 ° C | | | | | | | |
| E8 | 2-octanol | 1,00 | 53 | 5,00 | 58 | 150 | 0 | 0,47 | 0,42 | 0,05 | 0,29 | 230 |
| C9 | 1-heptanol | 1,00 | 53 | 5,00 | 58 | 150 | 0 | 1,80 | 1,60 | 0,20 | 0,92 | 1500 |
| C10 | 1-heptanol | 1,00 | 53 | 5,00 | 58 | 150 | 0 | 1,70 | 1,50 | 0,20 | 0,83 | 1300 |

Ejemplo 11:

5 Una descarga de reacción, obtenida del ejemplo E7 (reacción en 3-heptanol) se lava primero con agua. Después de efectuada la separación de fases, la fase orgánica se agita con HCl acuoso (al 25 % en peso) y a continuación se lava nuevamente con agua. Adicionando hidróxido de sodio (al 2 % en peso), la solución se lleva a pH = 6 y disolvente se retira al vacío hasta que se obtiene una solución de aproximadamente al 75 % en peso de trimetilquinona (1).

Para determinar la estabilidad térmica de este producto crudo, este se calienta a 110 °C y a intervalos regulares se determina el contenido de (1) mediante cromatografía de gases. Después de 125 horas se había descompuesto sólo el 8 % de (1) originalmente contenida.

10 **Ejemplo comparativo 12:**

El ejemplo 11 fue repetido con la descarga del ejemplo C1 (reacción en 1-hexanol en calidad de disolvente). Al calentar a 110 °C, después de 125 horas, se había descompuesto el 44 % de la quinona (1) originalmente contenida.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de 2,3,5-trimetilbenzoquinona o de una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona, el cual comprende el siguiente paso:
 - 5 (i) oxidación de 2,3,6-trimetilfenol, para dar 2,3,5-trimetilbenzoquinona, con oxígeno o un gas que contiene oxígeno en un medio de reacción bifásico o polifásico, en presencia de un catalizador o un sistema catalizador que contiene al menos un haluro de cobre (II), de modo que se genera una mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona, **caracterizado porque** el medio de reacción contiene agua y de al menos un alcohol alifático acíclico secundario que tiene 6 o más, de preferencia 7 o más, átomos de carbono.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el catalizador o el sistema catalizador contienen cloruro de cobre (II).
3. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 2 **caracterizado porque** el catalizador o el sistema catalizador contienen al menos un haluro de metal alcalino, de preferencia cloruro de litio.
4. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3 **caracterizado porque** el medio de reacción contiene 3-heptanol.
- 15 5. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 4 **caracterizado porque** el procedimiento se realiza de manera discontinua.
6. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 5 **caracterizado porque** en un paso (ii) la mezcla que contiene 2,3,5-trimetilbenzoquinona se lava con una solución alcalina acuosa.
- 20 7. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** la oxidación se realiza a una temperatura de entre 50 °C y 65 °C, de preferencia a una temperatura de entre 53 y 58 °C.
8. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** la oxidación se realiza durante un lapso de tiempo de 4 a 8 horas, de preferencia durante un lapso de tiempo de 4-7 horas.
- 25 9. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 8 **caracterizado porque** después de efectuada la oxidación en un paso (iii) el medio de reacción se somete a una separación de fases y la fase orgánica se extrae para la recuperación del catalizador disuelto en la fase orgánica.