



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102491894 A

(43) 申请公布日 2012.06.13

(21) 申请号 201110388380.7

(22) 申请日 2011.11.30

(71) 申请人 泰安渤洋化工科技有限公司

地址 271000 山东省泰安市岱岳区大汶口石  
膏工业园

(72) 发明人 吴永生 刘在琦

(74) 专利代理机构 泰安市泰昌专利事务所  
37207

代理人 姚德昌

(51) Int. Cl.

C07C 63/04 (2006.01)

C07C 51/15 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种 2,4,6-三甲基苯甲酸的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种 2,4,6-三甲基苯甲酸的制备方法,将均三甲苯和催化剂按一定比例投入反应釜中,通入二氧化碳气体,维持体系反应 6-12 小时,再加入一定量盐酸和水进行反应,水相回收催化剂,油相冷却结晶获得 2,4,6-三甲基苯甲酸产品。本发明反应步骤少,制备工艺简便,是原子经济和绿色化学反应。

1. 一种 2,4,6-三甲基苯甲酸的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:
  - (1) 将均三甲苯和催化剂按一定比例投入反应釜中,反应釜内温度在 10—25℃;
  - (2) 搅拌状态下,往反应釜中通入二氧化碳气体,维持反应温度在 10—25℃,釜内压力 0.18-0.4Mpa,维持体系反应 6-12 小时;
  - (3) 在上述反应体系中加入一定量盐酸和水,升温至 65—75℃维持 1-2 个小时后分相,水相回收催化剂,油相冷却结晶获得 2,4,6-三甲基苯甲酸产品,母液套用。
2. 根据权利要求 1 所述的 2,4,6-三甲基苯甲酸的制备方法,其特征在于:所述均三甲苯和催化剂按重量百分比为:均三甲苯占 96—99.5%,催化剂占 0.5—4%。
3. 根据权利要求 1 所述的 2,4,6-三甲基苯甲酸的制备方法,其特征在于:所述催化剂和二氧化碳重量比为 1:8-20。

## 一种 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于精细化工品制备技术领域,尤其是涉及一种 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸的制备方法。

### 背景技术

[0002] 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸是制备农药、医药和光引发剂等的重要中间体。2, 4, 6- 三甲基苯甲酸传统合成路线有:均三甲苯与草酰氯在无水三氯化铝作用下水解制得;均三甲苯经溴化格氏反应后再与二氧化碳加成水解制得;均三甲苯与氯乙酰氯发生酰基化反应,再经卤仿反应后再水解而得。这几种方法都存在反应步骤多,过程复杂,原料原子利用率低,三废排放严重等缺点。中国专利公开 CN 100569726C 陈述了以氯乙酰氯为酰化剂与均三甲苯进行酰化反应制得 2, 4, 6- 三甲基氯代苯乙酮,2, 4, 6- 三甲基氯代苯乙酮与次氯酸钠在相转移催化剂存在下进行氯仿反应,反应物再经分液、中和、重结晶得到 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸。该发明所用原料和反应步骤较多,产品收率较低,生产过程三废排放较为严重。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是:克服现有技术存在的问题,提供一种反应步骤少、制备工艺简便的 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸的制备方法。

[0004] 本发明的技术方案是:包括以下步骤:

(1) 将均三甲苯和催化剂按一定比例投入反应釜中,反应釜内温度在 10—25℃;

(2) 搅拌状态下,往反应釜中通入二氧化碳气体,维持反应温度在 10—25℃,釜内压力 0.18-0.4Mpa,维持体系反应 6-12 小时;

(3) 在上述反应体系中加入一定量盐酸和水,升温至 65—75℃维持 1-2 个小时后分相,水相回收催化剂,油相冷却结晶获得 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸产品,母液套用。

[0005] 所述均三甲苯和催化剂按重量百分比为:均三甲苯占 96—99.5%,催化剂占 0.5—4%。

[0006] 所述催化剂和二氧化碳重量比为 1:8-20。

[0007] 本发明的有益效果是:本发明以二氧化碳为羧化剂,在催化剂的存在下,直接羧化均三甲苯的苯环,反应物经水解、分液、结晶得到 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸产品,是使用二氧化碳直接羧化苯环一步法制备 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸方法。原料简单易得,反应步骤少,制备工艺简便,是原子经济和绿色化学反应。

### 具体实施方式

[0008] 下列实例用于详细说明本发明,不应认为是对本发明范围的限定,除特别指明的以外,物料量均是指重量。

[0009] 实施例 1:

将 1200kg 均三甲苯、20kg 催化剂投入反应釜中,开启搅拌,反应釜内温度在 15℃,

再将 220kg 二氧化碳气体 5 小时连续加入反应釜中, 维持反应温度 15-25℃, 釜内压力为 0.18-0.4MPa。二氧化碳加料完毕, 将反应温度升至 24±1℃, 维持反应 1 小时。反应结束, 加入 30kg 盐酸和水, 升温至 65℃, 搅拌 1 小时后分相。水相蒸馏回收催化剂, 油相结晶获得 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸产品。

[0010] 实施例 2:

将 1200kg 均三甲苯、20kg 催化剂投入反应釜中, 开启搅拌, 反应釜内温度在 10℃, 再将 220kg 二氧化碳气体 6 小时连续加入反应釜中, 维持反应温度 20±2℃, 釜内压力为 0.18-0.4MPa。二氧化碳加料完毕, 将反应温度升至 23±2℃, 维持反应 1 小时。反应结束, 加入 30kg 盐酸和水, 升温至 70℃, 搅拌 1.5 小时后分相。水相蒸馏回收催化剂, 油相结晶获得 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸产品。

[0011] 实施例 3:

将 1200kg 均三甲苯、20kg 催化剂投入反应釜中, 开启搅拌, 反应釜内温度在 10℃, 再将 220kg 二氧化碳气体 7 小时连续加入反应釜中, 维持反应温度 24±1℃, 釜内压力为 0.18-0.3MPa。二氧化碳加料完毕, 将反应温度升至 24±1℃, 维持反应 1 小时。反应结束, 加入 30kg 盐酸和水, 升温至 70℃, 搅拌 2 小时后分相。水相蒸馏回收催化剂, 油相结晶获得 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸产品。

[0012] 实施例 4:

将 1200kg 均三甲苯、25kg 催化剂投入反应釜中, 开启搅拌, 反应釜内温度在 15℃, 再将 220kg 二氧化碳气体 8 小时连续加入反应釜中, 维持反应温度 20±1℃, 0.18-0.4MPa。二氧化碳加料完毕, 将反应温度升至 20±1℃, 维持反应 1 小时。反应结束, 加入 30kg 盐酸和水, 升温至 75℃, 搅拌 1 小时后分相。水相蒸馏回收催化剂, 油相结晶获得 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸产品。

[0013] 实施例 5:

将 1200kg 均三甲苯、11kg 催化剂投入反应釜中, 开启搅拌, 反应釜内温度在 15℃, 再将 220kg 二氧化碳气体 9 小时连续加入反应釜中, 维持反应温度 20±1℃, 釜内压力为 0.18-0.3MPa。二氧化碳加料完毕, 将反应温度升至 24±1℃, 维持反应 1 小时。反应结束, 加入 30kg 盐酸和水, 升温至 70℃, 搅拌 1.5 小时后分相。水相蒸馏回收催化剂, 油相结晶获得 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸产品。

[0014] 实施例 6:

将 1200kg 均三甲苯、22kg 催化剂投入反应釜中, 开启搅拌, 反应釜内温度在 15℃, 再将 440kg 二氧化碳气体 10 小时连续加入反应釜中, 维持反应温度 22±1℃, 釜内压力为 0.18-0.4MPa。二氧化碳加料完毕, 将反应温度升至 24±1℃, 维持反应 1 小时。反应结束, 加入 30kg 盐酸和水, 升温至 72℃, 搅拌 1 小时后分相。水相蒸馏回收催化剂, 油相结晶获得 2, 4, 6- 三甲基苯甲酸产品。

[0015] 实施例 7:

将 1200kg 均三甲苯、40kg 催化剂投入反应釜中, 开启搅拌, 反应釜内温度在 15℃, 再将 330kg 二氧化碳气体 11 小时连续加入反应釜中, 维持反应温度 22±1℃, 釜内压力为 0.18-0.4MPa。二氧化碳加料完毕, 将反应温度升至 23±1℃, 维持反应 1 小时。反应结束, 加入 30kg 盐酸和水, 升温至 70℃, 搅拌 1 小时后分相。水相蒸馏回收催化剂, 油相结晶获得

2, 4, 6- 三甲基苯甲酸产品。