

nc/

200999

140



200999

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

a favor de

ETABLISSEMENTS HULLARD - de nacionalidad francesa - domiciliada en PARIS (Francia) 77, Avenue Raymond Póincaré,

por:

" Procedimiento para la hidrogenación catalítica del furfural ".

-----:oOo:-----

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

La hidrogenación del aldehído furfurílico o furfural para transformarlo en alcohol furfurílico se ha venido efectuando hasta ahora en presencia de cromita de



cobre, a la temperatura de 170° C y a una presión de 70 kg/cm².

5 Según la presente invención, se ha conseguido efectuar esta hidrogenación en mejores condiciones, trabajando a una presión y a una temperatura menos elevadas, y en presencia de un catalizador más fácil de preparar.

10 La invención tiene por objeto un procedimiento de hidrogenación del aldehído furfurílico para transformarlo en alcohol furfurílico, que se caracteriza por someter en caliente el aldehído furfurílico a la acción del hidrógeno a presión, en presencia de un catalizador constituido por un polvo a base de níquel previamente inactivado.

15 La ejecución práctica de este procedimiento se lleva a cabo mediante una instalación que comprende una serie de aparatos verticales alimentados con hidrógeno por su parte superior y que, en su parte inferior, comprenden una cuba de hidrogenación que se remueve periódicamente mediante uno o varios platos agitadores y que está calentada por medio de vapor que circula por el interior de una doble pared. El fondo de cada una de estas cubas comunica por medio de un conducto con la parte media del aparato siguiente.

25 Según una forma preferida de ejecución del procedimiento, la hidrogenación se efectúa a una temperatura inferior a 120° C y a una presión que puede hacerse descender hasta 7 kg/cm².

30 Como catalizador puede emplearse la aleación de RANEY en polvo después de haberla calentado sucesivamente en una solución de sosa y en furfural bruto.

También puede emplearse como catalizador níquel



agotado por una primera utilización en la hidrogenación de grasas.

El catalizador utilizado puede regenerarse calentándolo en una solución de sosa.

5

A continuación se describe, tan solo como ejemplo no limitativo, una instalación para la ejecución del procedimiento según la invención, así como su funcionamiento, con referencia al plano adjunto que representa esquemáticamente dicha instalación. La descripción del procedimiento se deduce de la del funcionamiento de la instalación.

10

Esta instalación comprende cuatro aparatos verticales semejantes -1-2-3-4-, alimentados con hidrógeno por su parte superior a través de los conductos -6-. Cada aparato comprende en su parte inferior una cuba de hidrogenación -7-, cuya capacidad hasta el plano superior -8- es de 20 litros, pero que solo se llena parcialmente durante el funcionamiento normal. Esta cuba esta rodeada por una doble pared -9- por cuyo interior circula vapor de agua que llega por una tubería -11-. El fondo de cada cuba comunica, por un conducto -12-, con la parte media del aparato siguiente. La cuba -7- se remueve periódicamente por medio de uno o varios platos agitadores -13- accionados por un vástago -14- que lleva fijado un núcleo magnético -16-, el cual se desliza en el interior de una cámara cilíndrica -17- por la acción de un electroimán -18- excitado periódicamente por medio de un ruptor -19-. Cada aparato comprende además una abertura de carga -21- provista de un cierre estanco. Una bomba volumétrica de alimentación -22- permite ir entregando al aparato -1- el furfural contenido en el depósito -23-. El conducto de salida -12- del aparato

15

20

25

30



-4- desemboca en un conducto -24- que presenta una derivación -26- en la que vá intercalado un dispositivo optico -27- para medir el índice de refracción del líquido que sale.

5 Para la reacción de hidrogenación, no se emplea como catalizador el níquel de RANEY usual, ya que destruiría los enlaces dobles del furfural, sino que se emplea un polvo obtenido de la siguiente manera:

10 A una solución de 1'9 kg de sosa en 7'5 litros de agua, se añade 1'5 kg de aleación de RANEY en polvo, de modo que la temperatura no pase de 50° C. Cuando se ha añadido todo el níquel de RANEY, se calienta a 110°C durante dos horas. Se deja reunir en el fondo del recipiente el níquel finamente dividido y se decanta la solución líquida. Se lava dos veces con agua tibia, y se acaba de eliminar el alcali con una solución de ácido acético al 1 %.

20 El níquel así obtenido es todavía demasiado activo, por lo que destruiría los dobles enlaces del alcohol. Conviene por tanto hacerle perder su actividad calentándole a 100° C en el seno de furfural bruto. Esta operación tiene la ventaja de purificar el furfural.

25 Se obtienen también muy buenos resultados empleando como catalizador níquel agotado por una primera utilización en la hidrogenación de grasas.

30 Cualquiera que sea la procedencia del níquel RANEY, puede regenerarse casi totalmente y pueden eliminarse las substancias que lo impurifican, por ebullición en sosa al 20 % durante doce horas. Se lava entonces para eliminar la sosa como se ha dicho anteriormente, y el níquel resultante puede servir casi indefinidamente para la

200999

4010



reacción que se considera.

5 Del catalizador preparado o regenerado de esta manera, se introduce en cada aparato, por la abertura de carga, una cantidad de 700 gr. o sea un 7% de níquel, ya que cada aparato representado en el plano debe contener 10 kg. de furfural. Se cargan entonces los aparatos de furfural y se introduce luego el hidrógeno a una presión igual o menor a 20 kg., poniéndose en marcha el ruptor -19- de los electroimanes de manera que se obtenga una atracción por segundo. La hidrogenación dura aproximadamente 3 ho-
10 ras.

Puede comprobarse la hidrogenación por medio del índice de refracción que pasa de 1'515 a 1'488.

15 Los ensayos de laboratorio efectuados con un aparato de pequeñas dimensiones de una capacidad de 300 cm³, han demostrado que se alcanza la hidrogenación total calentando a 120° C. durante 3 horas.

-----: N O T A :-----

20

Se reivindica como objeto de esta patente:

1.- Procedimiento para la hidrogenación catalítica del furfural o aldehído furfurílico para transformarlo en alcohol furfurílico, caracterizado porque el aldehído furfurílico se somete en caliente a la acción del hidrógeno a presión en presencia de un catalizador constituido por un polvo a base de níquel previamente inactivado.
25

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el aldehído furfurílico se somete durante la reacción a una agitación prolongada.
30

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-



racterizado porque la hidrogenación se efectúa a una temperatura igual o menor a 120° C y a una presión igual o menor a 20 kg/cm².

5 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplear como catalizador polvo de aleación de RANEY, después de haberla calentado sucesivamente en una solución de sosa y en furfural bruto.

10 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplear como catalizador níquel agotado por una primera utilización en la hidrogenación de grasas.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador utilizado se regenera calentándolo en una solución de sosa.

15 7.- Procedimiento para la hidrogenación catalítica del furfural.

Esta memoria consta de seis páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 4 DIC. 1951

P.A.

JOSÉ M.^a BOLIBAR
P.P.

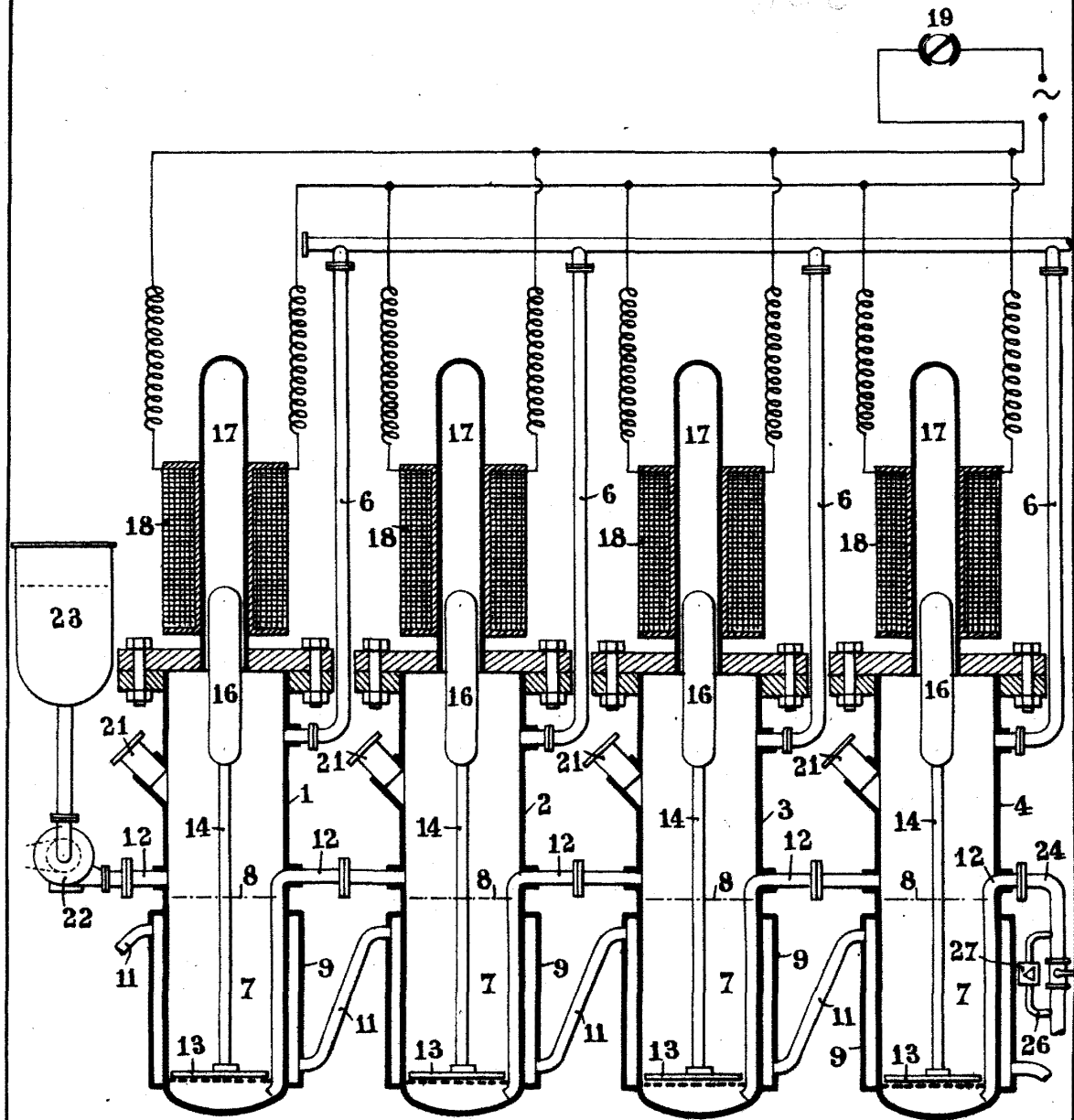
200999

200999

4 DIC. 1913



Establecimientos Huillard, 1 hoja.



P.A.
JOSE M. BOLIBAR
F.P.