

202491

22 FEB 1911



202191

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

=====

a favor de

PERFOGIT Soc. per Az. - de nacionalidad italiana - domi-  
ciliada en MILANO (Italia) Via Omenoni, 2

por:

" Procedimiento para la obtención del alcohol tetrahidro-  
furfurilico ".

====:oOo:=====

M e m o r i a   D e s c r i p t i v a

Esta patente se refiere a un procedimiento pa-

122 FEB



202491

5 ra la obtención del alcohol tetrahidrofurfurílico por hidrogenación del furfurool. La reacción de hidrogenación del furfurool transformándose este en alcohol tetrahidrofurfurílico es ya conocida. Esta reacción puede efectuarse y se efectúa generalmente en dos fases, empleando en la primera un catalizador especialmente apropiado para provocar la hidrogenación del grupo aldehído, generalmente constituido por cromito de cobre y añadiendo en la segunda fase un catalizador de níquel. La temperatura de pasaje en la primera 10 fase debe ser de 150-160°C, y en la segunda fase debe ser de 70-80°C. En esta forma se obtienen rendimientos casi cuantitativos de alcohol tetrahidrofurfurílico.

15 Se ha intentado también efectuar la hidrogenación del furfurool transformándolo en alcohol tetrahidrofurfurílico directamente en un solo pasaje, recurriendo para ello al empleo de catalizadores mixtos de cromito de cobre y de níquel. Pero en este caso los rendimientos obtenidos son de 5 a 6% inferiores. Esto es debido al hecho de que las dos fases de la hidrogenación que tienen lugar simultáneamente requieren, como ya se ha dicho, temperaturas óptimas distintas, es decir temperaturas a las cuales se obtiene el mejor rendimiento, mientras que en este caso se opera a la temperatura más elevada de ambas es decir a 150- 20 160°C. que es necesaria para la hidrogenación del grupo aldehído. En estas condiciones se forma una determinada 25 cantidad de metilfurfurano con la consiguiente disminución en el rendimiento.

30 Para aumentar el rendimiento en alcohol tetrahidrofurfurílico en el procedimiento en un solo tiempo sería necesario recurrir a temperaturas de hidrogenación inferiores prolongando la duración de la operación. Esto como,



202791

es natural no puede efectuarse más allá de ciertos límites, de modo que en todo caso, con los catalizadores hasta ahora conocidos se forma siempre una cantidad notable de metilfurano.

5

Según esta invención se consigue hidrogenar el furfurool transformándolo en alcohol tetrahidrofurfurilico en un solo pasaje y obteniendo un rendimiento casi cuantitativo incluso con empleo de catalizadores mixtos de cromito de cobre y de níquel y trabajando a temperaturas de 100-115°C. Esto resulta posible gracias al procedimiento especial que se describirá luego y que comprende una activación previa del cromito de cobre.

10

El procedimiento objeto de esta patente comprende de prácticamente las operaciones siguientes.

15

Se prepara primeramente, en la forma ya conocida, un catalizador de cromito de cobre el cual se pone en suspensión a concentraciones de 30-40% en un líquido orgánico conveniente.

20

Los líquidos que pueden utilizarse para ello pueden dividirse prácticamente en dos clases, para el objeto de esta patente: líquidos que no pueden ser hidrogenados, por ejemplo aceite de parafina y líquidos capaces de ser hidrogenados como son los ésteres orgánicos o bien el mismo furfurool. Según esta patente es preferible generalmente el empleo del furfurool, ya que de este modo no es preciso proceder ulteriormente a la separación de productos extraños.

25

30

La suspensión se calienta a continuación y a presión de hidrógeno a temperatura comprendida prácticamente entre 150 y 160°C. temperatura superior a la que es conveniente emplear para la hidrogenación del furfurool, en un

202291



solo pasaje, y a continuación se deja enfriar.

5 Se añade entonces a la suspensión 25-30% aproximadamente (calculado sobre el peso de cromito de cobre) de un catalizador de níquel. La suspensión así preparada después de esta adición puede ser empleada para la hidrogenación del furfurol, a temperaturas de 110-115°C. trabajando con las presiones de hidrógeno acostumbradas de 100-200 atmósferas o más, obteniéndose rendimientos elevadísimos de alcohol tetrahidrofurfurílico superiores a 95%.

10 A continuación se describe como ejemplo no limitativo una forma de ejecución del procedimiento objeto de esta patente, el cual podrá ser naturalmente objeto de diversas modificaciones por parte de los técnicos pero sin apartarse sin embargo de los límites de la patente.

15 Se prepara una suspensión a 30-40% de un catalizador de cromito de cobre en furfurol, habiéndose preparado el cromito de cobre en la forma ya conocida. Se calienta la suspensión bajo una presión de hidrógeno que puede estar comprendida entre 20 y 200 atmósferas pero que preferiblemente será superior a las 100 atmósferas, a una temperatura de 150-160°C. En estas condiciones se produce una hidrogenación rapidísima del grupo aldehído del furfurol. No es preciso terminar esta hidrogenación sino que es suficiente que la misma se inicie. Una vez ha empezado la hidrogenación se interrumpe el calentamiento, se deja enfriar y se añade a la suspensión un catalizador de níquel en proporción de 25-30% de la cantidad de cromito de cobre. La suspensión así obtenida se emplea para catalizar la hidrogenación del furfurol la que se efectúa a 100-115°C. con una presión de hidrógeno de 100-200 atmósferas, empleando una cantidad de catalizador correspondiente preferiblemente

20

25

30



202191

al 5-10% del furfurool.

El rendimiento de alcohol tetrahidrofurfurilico obtenido en esta forma es de 96-98%.

5

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

Se reivindica como objeto de esta patente:

10 1.- Procedimiento para la obtención de alcohol tetrahidrofurfurilico caracterizado por someter el furfurool a una hidrogenación catalítica mediante el empleo de un catalizador previamente activado.

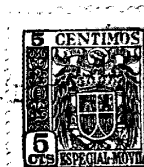
15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual la hidrogenación catalitica del furfurool transformándolo en alcohol tetrahidrofurfurilico, se efectúa en una sola operación.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual el catalizador está constituido parcialmente por cromito de cobre.

20 4.- Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el cual la activación previa del catalizador se consigue calentándolo bajo presión de hidrógeno.

25 5.- Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el cual el catalizador está formado por cromito de cobre y níquel y el cromito de cobre se activa previamente por calentamiento bajo presión de hidrógeno a temperaturas superiores a las empleadas luego para la hidrogenación del furfurool.

30 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, en el cual el cromito de cobre se activa previamente por calentamiento a 150-160°C. bajo presión de hidrógeno.



202491

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, en el cual la presión de hidrógeno está comprendida entre 20 y 200 atmósferas, siendo preferiblemente superior a 100 atmósferas.

5

8.- Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el cual el catalizador de cromito de cobre se suspende en un líquido orgánico conveniente, se activa por calentamiento bajo presión de hidrógeno y después de enfriado se adiciona de un catalizador de níquel.

10

9.- Procedimiento según la reivindicación 8, en el cual el líquido orgánico es un líquido hidrogenable.

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, en el cual el líquido orgánico hidrogenable es el furfurool.

15

11.- Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el cual el catalizador de cromito de cobre se prepara en la forma ya conocida, se suspende luego en furfurool con una concentración de 30-40%, se calienta bajo presión de hidrógeno, se enfría, se añade un catalizador de níquel y se emplea luego para la hidrogenación del furfurool transformándolo en una sola operación, en alcohol tetrahidrofurfurílico.

20

12.- Procedimiento según la reivindicación 11, en el cual el calentamiento de la suspensión de cromito de cobre se interrumpe después, y preferiblemente inmediatamente después, de iniciada la hidrogenación del furfurool que constituye la base de la propia suspensión.

25

13.- Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el cual el catalizador empleado para la hidrogenación del furfurool contiene níquel en

30

22 FEB



202791

La proporción de 25-30% del cromito de cobre.

14.- Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el cual la hidrogenación catalítica del furfurool se efectúa a 100-115°C.

5  
10  
15  
20

15.- Procedimiento para la obtención de alcohol tetrahidrofurfurílico, que comprende la preparación de un catalizador de cromito de cobre en la forma ya conocida, la preparación de una suspensión del mismo, preferiblemente a 30-40%, en un líquido orgánico, de preferencia furfurool, el calentamiento de la suspensión bajo presión de hidrógeno y por un breve tiempo a temperatura superior a las que se emplearán más tarde para la hidrogenación del furfurool, preferiblemente a 150-160°C., el enfriamiento de la suspensión, la adición de un catalizador de níquel, preferiblemente en proporción de 25-30% del cromito de cobre y el empleo de la suspensión así tratada como catalizador para la hidrogenación del furfurool en una sola operación, para transformarlo en alcohol tetrahidrofurfurílico, preferiblemente a temperaturas de 100-115°C. bajo presión de hidrógeno.

16.- Procedimiento para la obtención del alcohol tetrahidrofurfurílico.

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

BARCELONA, 22 FEB. 1952

P.A.

JOSE MA BOLLIGER