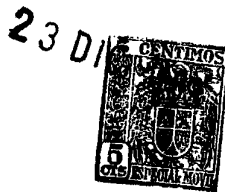


J.E.



254884

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

a favor de

MERCK & CO., Inc. de nacionalidad norteamericana, domiciliada en RAHWAY (New Jersey, E.U.) 126 East Lincoln Avenue

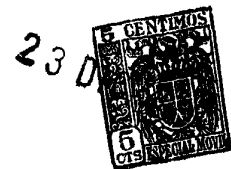
por:

"Procedimiento para la producción de 5-aminometil-2-furfurilamina".

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

Este invento se refiere a la producción de 5-aminometil-2-furfurilamina, y tiene por objeto un procedimiento perfeccionado para obtener este compuesto. El procedimiento del invento comprende la aminación del alcohol 5-aminometil-2-furfurílico, para formar la furan-

5



254884

diamina, de la estructura representada por la fórmula 1 de la hoja de fórmulas anexa a esta memoria.

5 Como resultado de una extensa investigación, hemos descubierto un procedimiento eficaz para la aminación catalítica del alcohol 5-aminometil-2-furfurílico con amoniac, preferentemente en presencia de un catalizador adecuado para producir la furandiamina.

10 Hemos comprobado que el alcohol 5-aminometil-2-furfurílico, compuesto no saturado, puede someterse a aminación con amoniac a temperatura elevada y bajo una presión apreciable, manteniendo los enlaces dobles conjugados, y formar la furandiamina.

15 Al poner en práctica el procedimiento de este invento, preferimos disolver el alcohol 5-aminometil-2-furfurílico en un disolvente orgánico adecuado, como alcohol, metanol o etanol, o dimetoxietano, y añadir la cantidad necesaria de amoniac, mejor en presencia de un catalizador como níquel Raney. Los disolventes inertes, como dimetoxietano, parecen dar resultados superiores a
20 los obtenidos empleando un alcohol, como metanol, en cantidad de disolvente. Cuando se utiliza un disolvente, la temperatura no debe exceder de la temperatura crítica del mismo. Esta mezcla de materiales se calienta en una retorta a temperatura superior a la temperatura crítica del amoniac, del orden de 100 a 350°C, con preferencia de
25 unos 200°C, a una presión de 1000 a 10000 psi (libras por pulgada cuadrada, 70 a 703 Kg por cm²) y preferiblemente entre 1500 y 6000 psi (105-422 Kg/cm.). Al cabo de varias horas de agitación, se recupera el producto de
30 reacción; esto puede hacerse filtrando para separar el



catalizador, y concentrando el filtrado en vacío. El filtrado puede someterse a destilación fraccionada para separar la furandiamina del producto crudo.

5 Sin propósito de limitar el invento a ninguna teoría sobre las reacciones implicadas, la reacción parece poderse desarrollar como se indica en la fórmula 2 de la hoja de fórmulas.

10 La cantidad preferida de amoniaco debe exceder ligeramente de la requerida en la reacción anterior para obtener resultados eficientes, pues con demasiado amoniaco daría excesivo hidrógeno.

Los siguientes ejemplos ilustran la realización del procedimiento de este invento.

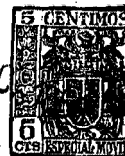
EJEMPLO I.

15 En un recipiente forrado de vidrio se cargan 100,0 g. de alcohol 5-aminometil-2-furfurílico con 550 cc. de dimetoxietano, 200 g. de NH_3 y 20 g. de níquel Raney. La mezcla se lleva a una autoclave oscilante, se lava con nitrógeno, y se calienta durante diez horas a
20 200°C. Durante este periodo de calentamiento, la presión alcanza 1600 psig, (112'5 Kg). Luego se separa el catalizador por filtración, se concentra el filtrado negro en vacío, y se efectúa una destilación fraccionada impura en vacío empleando un capitel Claisen corriente.

25 En esta operación, el lavado con nitrógeno sirvió simplemente como precaución, pues no está bien demostrado que sea necesario.

30 En la destilación fraccionada, se reunieron y redestilaron las porciones ricas en diamino a base del índice de refracción, análisis de N y formación de picrato. Dos de ellas se reunieron, y dieron 32,4 g. de

254884



5-aminometil-2-furfuril-amina. Una curva IR resultó idéntica a la de una muestra de referencia preparada por el método de Gabriel. El rendimiento por aminación directa fué de 32,4%, y contando el material inicial reutilizable, subió hasta 56,3%.

El ejemplo siguiente ilustra una aminación a mayor escala para convertir alcohol 5-aminometil-2-furfurílico en 2,5-diaminometilfurano.

EJEMPLO II.

10	Alcohol 5-aminometilfurfurílico (puro al 87,2%)	198 g.
	Dimetoxietano	1590 ml.
	Níquel Raney	44,4 g.
	Amoniaco líquido	528 g.

Se cargaron estos ingredientes en el recipiente, se calentaron a 200°C, y se mantuvieron así diez horas, con una presión máxima de 1550 psi. (109 Kg.).

15 El producto se pasó a través de un lecho de 1/4" de Supercel, enjuagando con metanol. La solución se evaporó en vacío de bomba hidráulica, y se terminó a 3 mm. El rendimiento fué de 170,8 g. de aceite negro. Éste se destiló a 2 mm. y se tomaron las porciones de menos de 112°C. Una porción tomada a 112-125°C era de aminoalcohol sin reaccionar. Las porciones de punto de ebullición más bajo, que contenían todas aminoalcohol, des destilaron de nuevo. A continuación se relacionan rendimientos y cálculos:

25

De la segunda destilación:
Rendimiento

Porción	pb/2 mm.	Peso	Rendimiento por pase-	E%	Pureza	% de N
1	68-80	2,60)	59,03=34,2%	642	83,0%	-
2	80-85	7,36)		687	88,9%	17,94
3	85-93	38,73)		751	97,0%	20,69
4	98-110	10,34)		469	-	-
5	110-125	80,31	46,6%			
Brea		18,60				



El rendimiento global en furandiamina, basado en la conversión de 53,4% del aminoalcohol, fué de 64,0%, basado en el aminoalcohol puro consumido.

N O T A

- 5 Se reivindica como objeto de esta patente:
- 1) Procedimiento para la producción de 5-aminometil-2-furfurilamina, el cual comprende someter alcohol 5-aminometil-2-furfurílico a aminación con amoniaco a temperatura elevada, superior a la temperatura crítica
10 del amoniaco, a una presión de 70 a 705 Kg. por cm².
 - 2) Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la aminación se efectúa en solución en un disolvente orgánico.
 - 3) Procedimiento para la producción de 5-aminometil-2-furfurilamina, el cual comprende someter alcohol 5-aminometil-2-furfurílico a aminación con amoniaco
15 a una temperatura de 100 a 350°C y a una presión de 70 a 705 Kg. por cm².
 - 4) Procedimiento según la reivindicación 3, en el cual la aminación se efectúa a una presión de 100 a
20 425 Kg. por cm².
 - 5) Procedimiento según la reivindicación 3, en el cual la aminación se efectúa a una temperatura aproximada a 200°C.
 - 25 6) Procedimiento según la reivindicación 3, en el cual la aminación se efectúa en presencia de un catalizador, y en solución en un disolvente orgánico.
 - 7) Procedimiento para la producción de 5-amino-



254884

metil-2-furfurilamina.

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

BARCELONA, 23 DIC. 1959

P. A.

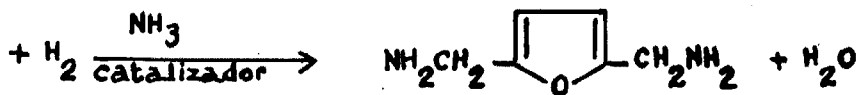
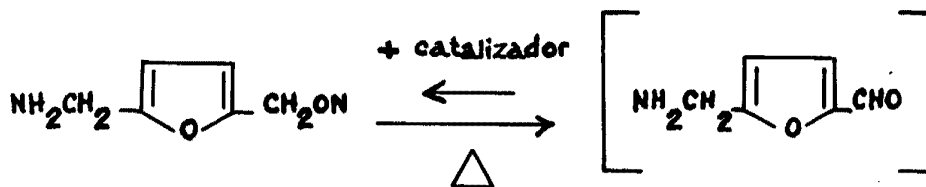


054833

FORMULA 1



FORMULA 2



P. A.
[Handwritten signature]