



PATENTE DE INVENCION

O.Z. 24 773  
=====

351746

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento para la obtención de alcoholes alifáticos saturados".

- - - - -

*Solicitante:* BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,  
entidad alemana, residente en Ludwigshafen/Rhein,  
República Federal Alemana.

- - - - -

La presente invención tiene por -  
objeto un procedimiento perfeccionado para obtener -  
alcoholes alifáticos saturados, mediante hidrogena-  
ción de aldehídos alifáticos olefinicamente insatura-  
5. dos, en presencia de catalizadores que contienen ní-



quel metálico.

- En la patente estadounidense número 2.983.734 se encuentra descrito un método de obtención de alcoholes saturados por medio de la hidrogenación de aldehídos insaturados, en presencia de níquel Raney, que contiene entre un 0,5 y 3% en peso de cromo, y de disolventes. Este procedimiento tiene, sin embargo, el inconveniente de que los catalizadores utilizados pierden rápidamente su actividad, por cuyo motivo son inapropiados para procesos realizados en continuo. En la primera publicación de patente alemana 1.115.702, se describe otro procedimiento de hidrogenación de aldehídos insaturados, según el cual se obtienen los alcoholes correspondientes -
5. deseados en presencia de catalizadores niquelados -
10. con un contenido en níquel inferior al 50% en peso, y en presencia de alcoholes como disolventes. El -
15. inconveniente de este procedimiento reside en que, terminada la hidrogenación, se impone la necesidad -
20. de separar los alcoholes utilizados, operación que -
25. resulta muy complicada y costosa. Otro método, cuya realización se encuentra descrita en la primera publicación de patente alemana 1.003.702, consiste en hidrogenar los aldehídos en dos etapas con catalizadores que contienen un 5 hasta 30% en peso de cobre,
30. un 3 hasta 20% en peso de níquel y un 0 hasta 5% en peso de cromo. A tal hidrogenación en dos etapas - se refiere también la patente alemana (primera publicación) número 1.115.232, según la cual se opera en presencia de catalizadores niquelados con un porcen-



- taje de níquel preferentemente inferior al 15% en peso.- Según las patentes inglesas números 938.028 y 906.527, se emplean, para la hidrogenación de aldehídos, capas separadas de un catalizador de cobre y un catalizador de níquel. En otra patente inglesa (907 166) se describe un procedimiento a realizar con dos capas de catalizadores, cuya primera se compone de un catalizador de cobre, mientras que la segunda es a base de un catalizador de cobre y níquel, estando comprendida la relación cobre:níquel entre 5:1 y 20:1. Y, por último, en la primera publicación de patente alemana 1 227 882, se encuentra descrito un método para la hidrogenación de aldehídos insaturados en dos etapas, caracterizado porque en la primera etapa se utiliza un catalizador de cobre, y en la segunda etapa, un catalizador a base de paladio. Todos los procedimientos de hidrogenación en dos etapas arriba enumerados tienen el inconveniente común de exigir medidas complicadas y costosas de medición y control.
- Encontróse ahora un método ventajoso para obtener alcoholes alifáticos saturados mediante hidrogenación continua de aldehídos alifáticos olefinicamente insaturados, en una sola etapa, a temperaturas elevadas y en presencia de catalizadores que contienen níquel metálico, método que consiste en utilizar catalizadores aplicados sobre soportes y que contienen entre un 60 y 100% en peso de níquel metálico, respecto al contenido en metal de los catalizadores.



El nuevo procedimiento objeto de la presente invención ofrece la ventaja de que se verifica en una sola etapa, y, por consiguiente, constituye un proceso de realización técnica considerablemente simplificada. Permite además prescindir de disolventes adicionales, con lo que queda suprimida su separación de los productos de reacción formados. Los catalizadores utilizados conservan su actividad durante tiempos muy largos, de modo que son perfectamente indicados para operaciones continuas.

El número de átomos de carbono de los aldehídos alifáticos olefinicamente insaturados está comprendido preferentemente entre 3 y 12, especialmente entre 3 y 10. Se opera preferentemente con aldehídos cuya molécula contiene un doble enlace olefínico y un grupo carbonilo, y que presentan, además, la estructura de hidrocarburos. Entre las materias de partida apropiadas figuran, por ejemplo, la acroleína, el aldehído crotónico, el 2-etil-hexen-(2)-al-(1), el hexen-(2)-al-(1), el decen-(2)-al-(1), el 2-metilpenten-(2)-al-(1). Desde el punto de vista técnico, el procedimiento objeto de la presente invención es particularmente indicado para la hidrogenación del 2-etilhexen-(2)-al-(1).

Resulta ventajoso realizar la hidrogenación a temperaturas de entre 120 y 250°C, especialmente entre 140 y 200°C. Las materias de partida pueden presentarse, durante el proceso de hidrogenación, en forma de vapor o, de preferencia, en es



- tado líquido, es decir, la hidrogenación se lleva a efecto preferentemente, en fase líquida. No existe inconveniente en operar a presión normal, aunque resulta ventajoso realizar el proceso a una presión algo elevada, por ejemplo a presiones de hasta 50 at., especialmente de hasta 20 at. Conviene utilizar 3 hasta 10 moles de hidrógeno, especialmente 5 hasta 8 moles de hidrógeno por cada mol de aldehído insaturado.
- 5.
10. La hidrogenación se lleva a efecto en presencia de catalizadores aplicados sobre soportes y que contienen entre un 60 y 100% en peso de níquel metálico, especialmente entre un 70 y 100% en peso de níquel metálico, respecto a la masa activa metálica.
15. Una característica esencial del procedimiento objeto de la presente invención la constituye el hecho de que la masa activa metálica del catalizador está integrada predominantemente por níquel. Los catalizadores pueden contener, además del níquel, cantidades menores de otros metales conocidos como catalizadores de hidrogenación o bien activadores o, al menos, metales inertes. Así, los catalizadores pueden contener, por ejemplo, manganeso, cromo, vanadio o cobre, en cantidades de hasta el 40% en peso, especialmente hasta el 30% en peso. Como soportes, se prefieren materias no ácidas, por ejemplo, óxido de aluminio, carbón o silicatos no ácidos, por ejemplo silicato de magnesio. Por regla general, basta un contenido en los metales arriba enumerados comprendido entre el 1 y 40% en peso, respecto a la cantidad
- 20.
- 25.
- 30.



- total del catalizador. Se obtienen resultados particularmente buenos en el caso de operar con un contenido comprendido entre el 2 y 30% en peso. Dichos porcentajes se refieren a los contenidos determinados por vía analítica en los catalizadores terminados de preparar, en cuyo respecto los metales se calculan como tales, es decir, sin tener en cuenta el estado de enlace o combinación real en el que se presentan en cada caso considerado. Resulta ventajoso emplear catalizadores que, en estado listo para el proceso, tienen poros de un tamaño comprendido entre 20 y 10 000, especialmente entre 50 y 500 Å y que presentan una superficie interna de entre 1 y 700 m<sup>2</sup>/g, especialmente entre 50 y 300 m<sup>2</sup>/g.
5. Una forma de realizar el procedimiento objeto de la presente invención consiste, por ejemplo, en alimentar los aldehídos insaturados y el hidrógeno, en la relación arriba indicada, en un tubo (por la cabeza) en el que se ha cargado anteriormente un catalizador de la composición arriba descrita. En caso de encontrarse los aldehídos insaturados introducidos en el tubo en forma de vapor, se realiza la hidrogenación a presión normal; en cambio, en el caso de que se desee llevar a cabo la hidrogenación bajo presión elevada, parte de los aldehídos insaturados a emplear para el proceso debe encontrarse en estado líquido, dependiendo la magnitud de esta parte de la presión aplicada. En el transcurso de la hidrogenación, las temperaturas más arriba indicadas se mantienen constantes en el interior del tubo
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



de reacción. El producto de reacción descargado se separa del hidrógeno, existiendo la posibilidad de reenviar las cantidades sobrantes de hidrógeno, por la cabeza del tubo, a la mezcla de reacción. A continuación, los alcoholes brutos obtenidos se aíslan mediante un proceso de destilación fraccionada.

Los alcoholes alifáticos saturados obtenibles con el procedimiento objeto de la presente invención son apropiados para la obtención de plastificantes; existe también la posibilidad de utilizarlos directamente, sin tratamientos ulteriores, como disolventes.

Las partes indicadas en el siguiente ejemplo son partes en peso. La relación entre las partes en peso y partes en volumen es la misma que la entre el kilogramo y el litro.

Ejemplo:

En un recipiente de alta presión de una cabida de 500 partes en volumen, se introducen hilos gruesos de óxido de aluminio que contienen un 15% en peso de níquel, un 5% en peso de cobre y un 1% en peso de manganeso, los cuales se reducen durante 48 horas con hidrógeno, a 350°C y sin presión. A una temperatura de 150°C y 20 atms. rels., se alimentan luego cada hora, por la cabeza del recipiente de alta presión, 100 partes de 2-etilhexen-(2)-al y 140 partes en volumen de hidrógeno. Después de eliminar, en un separador, el hidrógeno del producto de reacción obtenido, se somete este producto a un análisis por gas-cromatografía. El producto obtenido de la -



reacción contiene, además de 2-etilhexanol, un 0,03% de 2-etilhexen-(2)-al y un 0,3 % de 2-etilhexanal.

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que
10. el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 18 de marzo de 1.967, bajo el número B 91 675, acogiéndose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE ALCOHOLES ALIFÁTICOS SATURADOS"; caracterizándose por lo siguiente:
- 15.

20. 1ª.- Procedimiento para la obtención de alcoholes alifáticos saturados, caracterizado porque en una sola etapa y en continuo, a temperatura elevada, se hidrogenan aldehidos alifáticos olefínicamente insaturados, en presencia de catalizadores soportados que contienen de un 60 a un 100%, preferentemente de un 70 a un 100% en peso de níquel metálico, respecto al contenido en metal de los catalizadores.
- 25.

30. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se hidrogenan aldehidos alifáticos insaturados con 3 hasta 12, prefe



rentemente con 3 hasta 10 átomos de carbono, cuyas -  
moleculas contienen un doble enlace olefínico y un -  
grupo carbonilo, especialmente 2-etil-hexen-(2)-al-  
(1).

5. 3ª.- Procedimiento, según las rei  
vindicações anteriores, caracterizado porque la hi  
drogenación se realiza a temperaturas comprendidas -  
entre 120 y 250°C, preferentemente entre 140 y 200°C.
10. 4ª.- Procedimiento, según las rei  
vindicações anteriores, caracterizado porque la hi  
drogenación se realiza en fase líquida.
25. 5ª.- Procedimiento, según las rei  
vindicações anteriores, caracterizado porque la -  
hidrogenación se realiza a presiones de hasta 50 at-  
mósferas, preferentemente de hasta 20 atmósferas.
20. 6ª.- Procedimiento, según las rei  
vindicações anteriores, caracterizado porque cada  
mol de aldehido insaturado, se emplean de 3 hasta 10  
moles de hidrógeno, preferentemente de 5 hasta 8 mo-  
les de hidrógeno.
25. 7ª.- Procedimiento, según las rei  
vindicações anteriores, caracterizado porque a los  
citados catalizadores, que contienen níquel, se in-  
corpora hasta un 40% en peso de activadores, respec-  
to al contenido en metal de los catalizadores.
30. 8ª.- Procedimiento, según las rei  
vindicações anteriores, caracterizado porque la -  
hidrogenación se realiza en presencia de los citados  
catalizadores soportados cuyo contenido en metal se  
halla comprendido entre un 1 y un 40%, preferente-



mente entre un 2 y un 30% en peso, respecto a la cantidad total del catalizador.

5. 9ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la hidrogenación se realiza en presencia de los citados catalizadores, provistos de poros, cuyo tamaño está comprendido entre 20 y 10.000 Å, preferentemente entre 50 y 500 Å.

10. 10ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la hidrogenación se realiza en presencia de los citados catalizadores soportados, cuya superficie interna se halla comprendida entre 1 y 700 m<sup>2</sup>/g, preferentemente entre 50 y 300 m<sup>2</sup>/g.

15. 11ª.- Procedimiento para la obtención de alcoholes alifáticos saturados; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

20. Esta Memoria consta de diez hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK  
AKTIENGESELLSCHAFT,

p. p. Firmado: F. Hernández Rala