

468569

ES

11	NUMERO	10	A1
21	468569		
22	FECHA DE PRESENTACION		
	5 ABR 1978		



ESPAÑA

Fe 6 NOV. 1978

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y en el contenido de las figuras.

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	P 27 16 288.5		13 de Abril 1.977		alemania

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	52	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C07C / A61K		

54	TITULO DE LA INVENCIÓN
	<u>"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE 2,3-DIMETILPENTANAL".-</u>

71	SOLICITANTE (S)
	FIRMA RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	OSERHAUSEN (REP.FED.DE ALEMANIA)

72	INVENTOR (ES)
	Dr. Jürgen Weber y Helmut Springer

73	TITULAR (ES)
	Firma Ruhrchemie Aktiengesellschaft

74	REPRESENTANTE
	M.V.DE LA TORRE.-

468569

- 2 -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento -
para la fabricación de 2,3-dimetilpentanal por la hidroformila-
ción de 3-metilo-2-penteno en presencia de combinaciones de car-
bonilo de rodio como catalizador.-

De acuerdo con un procedimiento descrito en la Patén-
te Estado-Unidense nº 33 59 324, el 2,3-dimetilpentanal se pue-
de fabricar de aldehído crotonico. La síntesis se desarrolla en
varias fases. Alcohol crotonico, propionaldehído dicrotilace-
tal y 1-propenilcrotiléster se presentan como combinaciones in-
termedias. -

También conducen al 2,3-dimetilpentanal la transforma-
ción de metilsec.-butilcetona y de monocrodimetiléster en 1-me-
toxi-2,3-dimetil-2-pentanal y la subsecuente hidrólisis del me-
toxi-aldehído con ácido clorhídrico (Patente Francesa nº 13 77
141).-

La fabricación de 2,3-dimetilpentanal por la hidrofor-
milación de 3-metilo-1-penteno ha sido descrita por P. Pino et
al Revista "Chemistry & Industry Año 1963, 294). En el caso de
ser empleado como catalizador el cobaltocarbonilo, resulta un -
producto de reacción que, a parte del 93% de 4-metilhexanal, com-
prende tan sólo el 3% de 2,3-dimetilpentanal.-

En la hidroformilación de 3-metilo-2-penteno en presen-
cia de hidrocarboniltris-(trifenilo-fosfina)-rodio, se obtiene
con una transformación del 50% de olefinas un producto de reac-
ción con un contenido de 85 hasta el 86% de 2,3-dimetilpentanal
(Stefani et al, "Journal American Chemical Society, 95:19, 6504,

Año 1.973).-

30 Tal como de ello se puede desprender, los procedimientos ya conocidos para la obtención de 2,3-dimetilvaleraldehído ó exigen una forma de trabajo de varias fases ó bien los mismos proporcionan en el caso de transformaciones menos complejas la deseada combinación solamente con rendimientos poco satisfactorios. El empleo de carbonilos de rodio con contenido de fosfina
35 se ve confrontado con los elevados costos de éste catalizador, dado que el mismo puede ser separado sin ninguna destrucción del producto de la reacción tan sólo con unas grandes inversiones. Como añadidura, la transformación de las olefinas es muy reducida al ser empleado éste sistema especial de catalizador.-

40 Por lo tanto la presente invención tiene por objeto - facilitar un procedimiento que permite la fabricación de 2,3-dimetilpentanal a escala técnicamente interesante y bajo condiciones económicas.-

45 Se ha descubierto que la fabricación de 2,3-dimetilpentanal se consigue de una manera sencilla con grandes rendimientos por la transformación de 3-metilo-2-penteno con monóxido de carbono y con hidrógeno a 70 hasta 150°C. y 200 hasta 400 barios, en presencia de combinaciones de rodio si para ello se emplean combinaciones de carbonilo de rodio.-

50 Según el alcance de la presente invención se entienden por combinaciones de carbonilo de rodio las combinaciones - que contienen exclusivamente rodio y monóxido de carbono y eventualmente también hidrógeno.-

De una manera sorprendente se ha puesto de manifiesto

55 que en contraposición a la opinión del mundo técnico (véase, por
ejemplo, Fell et al en la Publicación "Tetrahedron Letters" nº
29, Página 3261, 1968) una isomerización de la olefina de parti-
da se produce, en el caso de ser empleados como catalizadores -
de la hidroformilación las combinaciones de carbonilo de rodio,
60 tan sólo en una medida secundaria. Los catalizadores de carboni-
lo de rodio empleados según invención desarrollan contrario a -
las combinaciones de carbonilo de rodio una elevada eficacia in-
cluso en reducida concentración.-

La transformación se lleva a cabo, con mucho éxito, -
65 con concentraciones de rodio de 10 hasta 1.000 ppm. en relación
con el 3-metilo-2-penteno empleado. Con preferencia son emplea-
das concentraciones de rodio de 50 hasta 200 ppm.-

Asimismo, la separación entre el carbonilo de rodio -
no modificado y la mezcla de la reacción se desarrolla otra vez
70 con divergencia de los complejos del carbonilo de rodio con fos-
finas de una manera extremadamente sencilla y puede realizarse
conforme a procedimientos ya conocidos, por ejemplo, por la ad-
sorción en sustancias sólidas con grandes superficies tratamien-
to del oxo-producto en bruto con vapor, con halógenos ó bien --
75 con ácidos orgánicos.-

La transformación de la olefina con monóxido de carbo-
no y hidrógeno se lleva a efecto normalmente a temperaturas en-
tre 70 y 150°C., con preferencia 90 hasta 110°C., y a presiones
de 200 hasta 400 barios, con preferencia de 250 hasta 320 barios.
80 El monóxido de carbono y el hidrógeno se emplean en una propor-
ción de 3:1 hasta 1:3, con preferencia de 1:1. La reacción tiene

Jugar tanto en presencia como en ausencia de un disolvente. Como disolvente se adaptan ciclohexano, tolueno, tetrahidrofurano así como otros disolventes orgánicos de tipo inerte. Para una -
85 preparaci-ón en estado puro del 2,3-dimetilpentanal de la mez-
cla de aldehidos que se produce en la reacci-ón y que está libe-
rada del catalizador, se efectúa, por ejemplo, una destilaci-ón
al alto vací-o. El 2,3-dimetilpentanal es un valioso producto de
partida para la fabricaci-ón de tranquilizantes, anti-hipertóni-
90 cas y de somníferos.-

A continuaci-ón, el nuevo procedimiento se explica, a título de ejemplo, por medio de los siguientes ensayos.-

Ensayo Nº 1.-

Dentro de un recipiente de alta presi-ón con una capacidad de -
95 2,1 litros se preparan 400 grs. de 3-metilo-2-penteno así como
40 mgrs. de Rh (rodio) en forma del 2-etilhexanoato), para ser
transformados con una mezcla equimolar de monóxido de carbono y
de hidrógeno, a 90°C. y a una presi-ón de 260 hasta 270 barios.
La reacci-ón es terminada después de 7 horas. El reactor es en-
100 friado y expandido, siendo mientras determinada la composici-ón
del producto en bruto de la reacci-ón por la destilaci-ón al va-
cío así como por medio de análisis cromatográfico de gases. Con
una transformaci-ón del 99,9% de 3-metil-2-penteno se presenta -
el 81,3% de los aldehidos de C₇ isómeros en forma de 2,3-dime-
105 tilitilpentanal (véase la Tabla 1, Ensayo nº 1.)-

Ensayos 2 hasta 4.-

Dentro de un recipiente de alta presi-ón con una capacidad de 2,1
litros se someten a la hidroformilaci-ón y de una manera análoga

468569

- 6 -

110 al ensayo número 1, cada vez 400 grs. de 3-metilo-2-penteno en
presencia de rodio bajo diferentes condiciones de reacción. Los
rendimientos con ello obtenidos se han resumido también en la Ta-
bla 1,-- detallada en la página siguiente.-

115 Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de -
la presente invención se hace constar que en la misma podrán --
ser variables los materiales y dimensiones, y en general aque--
llos otros detalles accesorios o secundarios que no alteren, cam-
bien ó modifiquen la esencialidad propuesta.-

120 Los términos en que queda redactada ésta memoria son
ciertos y fiel reflejo del objeto descrito, debiéndose interpre-
tar en un sentido más amplio y nunca en forma limitativa.-

Tabla 1: La hidroformilación de 3-metil-2-penteno por medio de rodio (en forma del 2-etilhexanoato)

Ensayo	Cantidad de rodio (ppms)	Temperatura de la reacción (° C.)	Presión de la reacción (barros)	Rendimientos: de 100 grs. del 3-Me-penteno se obtienen (en grs.)						
				Olefinas	2,3-dimetil-pentanal	3-etil-pentanal	4-metil-hexanal	Otras sustancias	Tiempo de la reacción (horas)	
1	100	90	270	0,1	108,5	3,7	21,3	1,9	7,0	
2	100	80	270	9,4	103,8	2,2	16,3	0,5	7,5	
3	100	100	270	-	102,0	3,8	27,6	2,0	5,5	
4	1000	90	270	0,1	110,5	3,5	19,4	2,0	5,0	

468569

468569

- 8 -

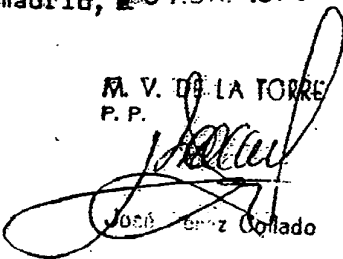
REIVINDICACIONES

- 125 1ª.- Procedimiento para la fabricación de 2,3-dimetilpentanal; mediante transformación de 3-metil-2-penteno con monóxido de carbono y hidrógeno a una temperatura de 70° hasta 150°C y a una presión de 200 hasta 400 barios en presencia de combinaciones de rodio; caracterizado porque para ello se emplean combinaciones de carbonilo de rodio.-
- 130 2ª.- Procedimiento; conforme a la reivindicación 1, caracteriza zo porque la concentración de rodio es de 10 hasta 1.000, pero con preferencia de 50 hasta 200 ppms.-
- 3ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE 2,3-DIMETILPENTANAL".

Consta la presente memoria descriptiva de ocho hojas numeradas y mecanografiadas por una sola cara.-

Madrid, 5 ABR. 1978

M. V. DE LA TORRE
P. P.


José María González Collado

