

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 368 270**

51 Int. Cl.:
C07C 29/132 (2006.01)
C07C 31/20 (2006.01)
C07B 61/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07742270 .7**
96 Fecha de presentación: **24.04.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **2017248**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.01.2009**

54 Título: **PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE 3-METIL-1,5-PENTANODIOL.**

30 Prioridad:
28.04.2006 JP 2006125269

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
15.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
15.11.2011

73 Titular/es:
KURARAY CO., LTD.
1621, Sakazu, Kurashiki-shi
Okayama 710-8622, JP

72 Inventor/es:
HINO, Kenichi;
YADA, Kazuyuki y
SAEKI, Keisuke

74 Agente: **Durán Moya, Luis Alfonso**

ES 2 368 270 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de preparación de 3-metil-1,5-pentanodiol

5 SECTOR TÉCNICO

La presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de 3-metil-1,5-pentanodiol (en lo sucesivo, denominado "MPD"). El MPD obtenido por la presente invención resulta útil como materia prima de diversos polímeros, tales como poliéster y poliuretano.

10

TÉCNICA ANTERIOR

El procedimiento convencional para la preparación de MPD incluye, por ejemplo, un procedimiento en el que se hace reaccionar 3-metil-3-buten-1-ol (en lo sucesivo, denominado "IPEA") con monóxido de carbono e hidrógeno en presencia de un compuesto de rodio para obtener 2-hidroxi-4-metiltetrahidropirano (en lo sucesivo, denominado "MHP), que a continuación se hidrogena en medio ácido en presencia de agua y un catalizador de hidrogenación (véanse referencias de patente 1 y 2) y un procedimiento en el que el MHP se hidrogena en presencia de níquel Raney modificado con molibdeno (véase referencia de patente 3). En la técnica anterior (véase referencia de patente 4) también se ha dado a conocer un procedimiento de hidroformilación de 3-metil-3-buten-1-ol y análogos del mismo con monóxido de carbono e hidrógeno en presencia de un compuesto de rodio y un procedimiento de preparación de 3-metilpentan-1,5-diol utilizando este producto.

Referencia de patente 1: JP-A-60-202835
 Referencia de patente 2: JP-A-61-249940
 Referencia de patente 3: JP-A-1-100139
 Referencia de patente 4: EP-0155002-A2

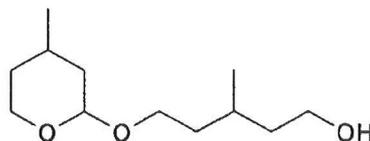
DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

30 PROBLEMA QUE PRETENDE RESOLVER LA PRESENTE INVENCION

Los presentes inventores han llevado a cabo la preparación de MPD por hidrogenación continua de MPH en presencia del mismo catalizador que en el procedimiento descrito en las referencias de patente 1 ó 2. Se ha puesto de manifiesto que la cantidad de subproductos presentes en la solución de la reacción, es decir, el compuesto representado por la fórmula siguiente (en lo sucesivo, denominado "MPAE"):

35

[Fórmula 1]



y β -metil- δ -valerolactona (en lo sucesivo, denominada "MVL") aumentaba con el tiempo. Estos subproductos provocan la degradación del catalizador de hidrogenación. Además, en una etapa de separación/purificación del MPD tras la hidrogenación, debido a que la diferencia entre el punto de ebullición de la MVL (punto de ebullición: 231°C/0,1 MPa) y el del MPD (punto de ebullición: 272°C/0,1 MPa) es grande, es posible separar la MVL por destilación de la mezcla de reacción. Por otro lado, debido a que el punto de ebullición del MPAE (punto de ebullición: 276°C/0,1 MPa) y el del MPD son parecidos, es muy difícil separar el MPAE (punto de ebullición: 276°C/0,1 MPa) del MPD mediante una columna de destilación industrial convencional. El MPAE es un compuesto monohidroxílico y, por lo tanto, cuando se lleva a cabo la reacción de polimerización de poliéster o poliuretano utilizando MPD con un contenido elevado de MPAE, éste tiene tendencia a sellar los extremos de polimerización, provocando que el peso molecular del polímero no aumente. Por lo tanto, es muy importante mejorar la pureza del MPD también para estos usos. Sin embargo, para aumentar la pureza del MPD, que es difícil de lograr mediante destilación simple, es necesario disminuir la cantidad de MPAE generada en la hidrogenación.

Además, el procedimiento descrito en la referencia de patente 3 es el procedimiento caracterizado por la utilización de níquel Raney modificado con molibdeno con el fin de evitar la generación de subproductos (MPAE y MVL) que puede provocar la degradación de un catalizador de hidrogenación. Sin embargo, el procedimiento dado a conocer en la referencia de patente 3 presenta el problema de que el procedimiento no puede ser sustituido por catalizadores de hidrogenación conocidos de uso común, tales como níquel Raney o cobalto Raney, que no sean este níquel Raney en particular (véase desde la línea 15 de la parte inferior izquierda a la línea 3 de la parte inferior derecha, página 2, referencia de patente 3).

55

En estas situaciones, el objeto de la presente invención, en la preparación de MPD por hidrogenación de MHP, es dar a conocer un procedimiento industrialmente ventajoso para preparar MPD de pureza elevada con un alto rendimiento eliminando la generación de subproductos tales como MPAE y MVL utilizando un catalizador de hidrogenación conocido de uso común distinto del níquel Raney modificado con molibdeno.

5

MEDIOS PARA RESOLVER EL PROBLEMA

Los presentes inventores han llevado a cabo estudios exhaustivos para lograr dicho objetivo. Como resultado de dichos estudios, se ha puesto de manifiesto, sorprendentemente, que cuando el MHP se hidrogena utilizando un catalizador de hidrogenación en presencia de un compuesto básico, la generación secundaria de MPAE y de MVL se puede eliminar con eficacia simultáneamente aunque el catalizador de hidrogenación no sea necesariamente níquel Raney modificado con molibdeno.

10

Es decir, la presente invención se refiere a un procedimiento para preparar MPD por hidrogenación de MHP en presencia de un catalizador de hidrogenación, en el que dicho procedimiento se caracteriza porque se lleva a cabo adicionalmente en presencia de un compuesto básico.

15

VENTAJAS DE LA PRESENTE INVENCION

Según la presente invención, en la reacción de hidrogenación de MHP se puede producir MPD de pureza elevada de forma industrialmente ventajosa a la vez que se elimina eficazmente la generación secundaria de MPAE y MVL y la vida del catalizador de hidrogenación se prolonga incluso sin utilizar níquel Raney modificado con molibdeno.

20

BREVE DESCRIPCION DE LA FIGURA

La figura 1 es un dibujo que ilustra el esquema del aparato de reacción utilizado en el ejemplo 10.

25

DESCRIPCION DE LOS NUMEROS DE REFERENCIA

1: Reactor
2: Separador de sólido y líquido
3: Evaporador
4: Columna de destilación

30

MEJOR MODO DE LLEVAR A CABO LA INVENCION

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar MPD por hidrogenación de MHP en presencia de un catalizador de hidrogenación en el que dicho procedimiento se caracteriza porque se lleva a cabo adicionalmente en presencia de un compuesto básico.

40

Como catalizador de hidrogenación que se puede utilizar en la presente invención, cabe mencionar un catalizador conocido que se utiliza para la hidrogenación de un aldehído (por ejemplo, véase "hannoubetu jituyou shokubai" ("catalizador práctico para cada reacción"), publicado por Kagaku Kougyousha, 1970, P. 111-141, p. 176-180), por ejemplo, níquel, níquel Raney, paladio, cobalto Raney, óxido de cobre y cromo, platino y rutenio. Desde el punto de vista de la facilidad de manejo y la economía, entre estos catalizadores de hidrogenación son particularmente preferentes el níquel Raney y el cobalto Raney. Como catalizador de hidrogenación, se puede utilizar un catalizador homogéneo o un catalizador heterogéneo, pero resulta preferente un catalizador heterogéneo desde el punto de vista de la facilidad de eliminación de dicho catalizador de hidrogenación después de la reacción. Se puede utilizar un catalizador heterogéneo fijado sobre un soporte, tal como carbón activado, tierra de diatomeas, sílice y alúmina. Dicho catalizador heterogéneo se puede modificar con cromo, molibdeno, aluminio, tungsteno o similares. Dicho catalizador de hidrogenación se puede utilizar solo o en combinaciones de dos o más. Habitualmente, la cantidad utilizada de catalizador de hidrogenación está comprendida preferentemente entre el 0,01 y el 3% en peso y más preferentemente entre el 0,1 y el 1% en peso, en relación con la cantidad total de solución de reacción en el reactor. Se puede utilizar un catalizador de hidrogenación suspendido en agua.

45

50

El compuesto básico utilizado en la presente invención no está particularmente limitado, siempre y cuando sea un compuesto inorgánico básico o un compuesto orgánico básico que no tenga ningún efecto adverso sobre la hidrogenación. Son ejemplos de dicho compuesto inorgánico un hidróxido de metal alcalino, tal como hidróxido de sodio e hidróxido de potasio; un carbonato de metal alcalino, tal como carbonato de sodio y carbonato de potasio; un hidrogenocarbonato de metal alcalino, tal como hidrogenocarbonato de sodio; un hidróxido de metal alcalinotérreo, tal como hidróxido de magnesio e hidróxido de calcio; y un alcóxido de metal alcalino, tal como metóxido de sodio. Además, son ejemplos del compuesto orgánico básico las aminas terciarias, tal como trietilamina, tributilamina, trioctilamina y trietanolamina. Entre estos compuestos, particularmente desde el punto de vista de la eliminación de la generación secundaria de MPAE, resultan preferentes los compuestos inorgánicos, tales como el carbonato de sodio y el hidróxido de sodio. La cantidad utilizada de compuesto básico está comprendida preferentemente entre 150 ppm y 5.000 ppm (relación de masas), más preferentemente entre 150 ppm y 1.000 ppm (relación de masas) en

60

65

- relación con la cantidad total de la solución de reacción del reactor. Una cantidad de compuesto básico menor de 150 ppm (relación de masas) en relación con la cantidad total de solución de reacción del reactor tiende a tener un menor efecto en la eliminación de la generación secundaria de MPAE y MVL simultánea, mientras que una cantidad de compuesto básico mayor de 5.000 ppm (relación de masas) en relación con la cantidad total de la solución de reacción del reactor tiende a provocar una reacción secundaria, tal como una reacción aldólica. Se puede añadir un compuesto básico sólido como tal a la solución de reacción, pero resulta más preferente la adición en solución para evitar una distribución heterogénea de la concentración en la solución de reacción. El disolvente que se puede utilizar para dicha solución no está particularmente limitado, siempre y cuando pueda disolver el compuesto básico suficientemente y no reaccione con los productos de reacción, y son ejemplos del mismo alcoholes tales como el metanol, el etanol, el 2-propanol y el MPD y agua. La concentración del compuesto básico en solución no está particularmente limitada, pero por lo general resulta preferente desde el punto de vista de la manipulación que la misma esté comprendida entre un 5 y un 70% en peso. Un compuesto básico líquido se puede añadir como tal a la solución de reacción.
- 15 Cabe señalar que la concentración de compuesto básico en la solución de reacción se puede calcular extrayendo una parte de dicha solución de reacción y valorándola con una solución ácida estándar de concentración conocida (por ejemplo, una solución acuosa 0,01 mol/l de ácido clorhídrico).
- 20 La presente invención se puede llevar a cabo en presencia o en ausencia de un disolvente. Dicho disolvente no está particularmente limitado, siempre y cuando no tenga ningún efecto adverso sobre la hidrogenación, y son ejemplos del mismo alcoholes como el metanol, el etanol, el alcohol n-propílico, el alcohol isopropílico, el alcohol n-butílico, el alcohol isopentílico y el MPD; éteres como el tetrahidrofurano y el dioxano. Estos disolventes se pueden usar solos o en combinaciones de dos o más. Entre estos disolventes, se utiliza preferentemente el MPD. El MPD obtenido en la presente invención se puede utilizar como el MPD anterior. Cuando se utiliza un disolvente, habitualmente se hace en una cantidad comprendida preferentemente entre el 10 y el 95% en peso en relación con la cantidad total de solución de reacción.
- 30 La temperatura de reacción para la presente invención no está particularmente limitada, pero por lo general está comprendida preferentemente entre 50 y 200°C, más preferentemente entre 60 y 150°C, con vistas a la estabilidad del MHP, la actividad del catalizador de hidrogenación, la economía y la manipulación.
- 35 La presión de reacción no está particularmente limitada, pero por lo general está comprendida preferentemente entre 0 y 20 MPa (presión manométrica), más preferentemente entre 0,1 y 2 MPa (presión manométrica) con vistas a la manipulación, la seguridad, la eficacia de la reacción y la economía.
- 40 Por lo general, el tiempo de reacción (tiempo de retención) está comprendido preferentemente entre 1 y 50 horas, más preferentemente entre 2 y 30 horas, con vistas a evitar la generación de subproductos, tales como MPAE y MVL.
- 45 Cuando se utiliza un catalizador de hidrogenación heterogéneo, el tipo de utilización de dicho catalizador en el sistema de reacción es opcional e incluye, por ejemplo, los tipos de tanque de suspensión, lecho fijo y lecho fluidizado. Cuando se utiliza un catalizador homogéneo, se puede utilizar un reactor tal como un reactor agitado, un reactor de columna de burbujas y un reactor de columna de destilación. Además, ya sea para un catalizador de hidrogenación heterogéneo u homogéneo, se puede utilizar cualquier procedimiento de entre un procedimiento por lotes, un procedimiento semicontinuo y un procedimiento continuo, pero resulta preferente utilizar un procedimiento continuo con vistas a la eficiencia de producción.
- 50 En un procedimiento por lotes, la reacción se puede llevar a cabo, por ejemplo, cargando un catalizador de hidrogenación, MHP, un compuesto básico y un disolvente, según sea necesario, en un determinado momento en un reactor en atmósfera de hidrógeno y agitando a una determinada temperatura y una presión determinada durante un periodo determinado. En un procedimiento semicontinuo, por ejemplo, se cargan un catalizador de hidrogenación, un compuesto básico y un disolvente, según sea necesario, en un reactor en atmósfera de hidrógeno y se mezcla a una temperatura determinada y una presión determinada. En primer lugar, parte del MHP se suministra al reactor para iniciar la reacción y a continuación se introduce el MHP restante de forma continua o intermitente para llevar a cabo la reacción durante un periodo determinado.
- 55 En un procedimiento continuo, por ejemplo, se suministran de forma continua o intermitente MHP, un compuesto básico y un disolvente, según sea necesario, a un reactor a una temperatura determinada y una presión determinada en presencia de un catalizador de hidrogenación a la vez que se agita durante un periodo determinado. La reacción se puede llevar a cabo al mismo tiempo que se extrae la mezcla de reacción obtenida de forma continua o intermitente a través de una salida del reactor durante la reacción.
- 60 La separación/purificación del MPD de la mezcla de reacción obtenida en el procedimiento anterior se puede llevar a cabo mediante un método común para la separación/purificación de un compuesto orgánico. Por ejemplo, se puede obtener MPD de gran pureza mediante la separación de un catalizador de hidrogenación por medios como filtración, sedimentación y separación centrífuga y, a continuación, la destilación del residuo. Cabe señalar que la razón por la
- 65

que se puede obtener MPD de tanta pureza por destilación es que la cantidad de subgeneración de MPAE se elimina hasta un nivel extremadamente bajo en la hidrogenación según la presente invención (véanse los ejemplos siguientes). Además, cuando se separa un catalizador de hidrogenación, resulta muy deseable reutilizar el catalizador de hidrogenación separado para la hidrogenación según la presente invención con vistas a los costes de producción.

El MHP que se utiliza en la presente invención se puede preparar por un método conocido (véanse las referencias de patente 1 y 2). Por ejemplo, se puede preparar por reacción de IPEA con monóxido de carbono e hidrógeno a una temperatura comprendida entre 60 y 150°C y una presión comprendida entre 1 y 20 MPa en presencia de un compuesto de rodio, tal como $Rh_4(CO)_{12}$ o $Rh(acac)(CO)_2$. El IPEA se encuentra industrialmente disponible y también se puede preparar por el método siguiente. Por ejemplo, se puede preparar IPEA por reacción de isobuteno y un formaldehído acuoso al 37% en peso a una presión comprendida preferentemente entre 5 y 50 MPa y una temperatura comprendida entre 235 y 400°C (véase el documento JP-B-47-47362).

15 EJEMPLOS

La presente invención se describe más específicamente haciendo referencia a los siguientes ejemplos, a los que, sin embargo, la presente invención no se limita en absoluto. Cabe señalar que el análisis por cromatografía de gases de cada ejemplo y ejemplo comparativo se lleva a cabo por los siguientes procedimientos.

[Análisis por cromatografía de gases]

Instrumento analítico: GC-14A (fabricado por Shimadzu Corporation)
 Columna: CBP-20 (longitud: 50 m) (fabricada por J&W Scientific Inc.)

Condiciones analíticas: Temperatura de inyección: 240°C
 Temperatura de detección: 240°C

Condiciones de calentamiento: 80°C (retención durante 0 minutos) → (calentamiento a 8°C/minuto) → 220°C (retención durante 10 minutos)

<Ejemplo 1>

En un autoclave de tipo agitador magnético con un volumen interno de 500 ml equipado con una abertura de suministro de hidrógeno gaseoso, una abertura de suministro de materia prima, un termómetro y una abertura de muestreo, se cargaron 2 g (aproximadamente 1 g como níquel Raney sin modificar; aproximadamente un 0,67% en peso en relación con la solución de reacción) de níquel Raney sin modificar suspendido en agua [B-113W (nombre comercial) fabricado por Degussa], 75 g (0,647 mol) de MHP, 75 g (0,636 mol) de MPD y 1,87 ml (equivalentes a 500 ppm en relación con el peso total de los reactivos cargados en equivalentes de hidróxido de sodio) de una solución acuosa 1 mol/l de hidróxido de sodio. Se determinó que la solución de reacción obtenida de este modo tenía un pH de 10,9 por medición con un pH-metro. Tras reemplazar el sistema de reacción con nitrógeno gaseoso (0,29 MPa; presión manométrica) 3 veces mientras se agitaba la solución de reacción a 800 rpm, el sistema se sustituyó por hidrógeno gaseoso (0,29 MPa; presión manométrica) 3 veces y se calentó a 120°C, manteniendo la presión a 0,88 MPa (presión manométrica) con hidrógeno gaseoso y a continuación se sometió a reacción durante 5 horas. Durante la reacción, el flujo de salida de gas fue de 10 l/h y la presión de hidrógeno en el sistema de reacción se mantuvo a 0,88 MPa (presión manométrica). Tras la terminación de la reacción, se determinó que la mezcla de reacción tenía un pH de 8,4 por medición con un pH-metro. Además, la mezcla de reacción obtenida se analizó por cromatografía de gases después de la reacción. Los resultados se muestran en la tabla 2.

<Ejemplos 2 a 6 y ejemplos comparativos 1 a 3>

La reacción y el análisis se llevaron a cabo de manera similar al ejemplo 1, excepto que las condiciones se establecieron tal como se muestra en la tabla 1. Se muestra cada resultado en la tabla 2.

Tabla 1

	Catalizador	Cantidad ²⁾ de adición de solución acuosa de hidróxido de sodio (ppm)	Temperatura de reacción (°C)	Tiempo de reacción (horas)
Ejemplo 1	B-113W ¹⁾	500	120	5
Ejemplo 2	B-113W ¹⁾	100	120	5
Ejemplo 3	B-113W ¹⁾	10	120	5
Ej. Comp. 1	B-113W ¹⁾	0	120	5
Ejemplo 4	B-2112Z ¹⁾	150	140	5
Ejemplo 5	B-2112Z ¹⁾	100	140	5
Ej. Comp. 2	B-2112Z ¹⁾	0	140	5
Ejemplo 6	BK-113AW ¹⁾	150	120	2
Ej. Comp. 3	BK-113AW ¹⁾	0	120	2

B-113W (nombre comercial); níquel Raney sin modificar
 B-2112Z (nombre comercial); cobalto Raney sin modificar
 BK-113AW (nombre comercial); Níquel Raney modificado con un 1,2% en peso de molibdeno
¹⁾ Fabricado por Degussa
²⁾ Cantidad de adición relativa a la cantidad total de los reactivos presentes en el reactor en términos de hidróxido de sodio
 Ej. Comp.: Ejemplo comparativo

Tabla 2

	Conversión (%)	Selectividad (%)		
		MPD	MPAE	MVL
Ejemplo 1	76,1	94,1	1,1	2,0
Ejemplo 2	89,3	93,8	2,5	3,1
Ejemplo 3	85,2	90,2	2,7	5,5
Ejemplo comparativo 1	75,4	84,3	4,3	8,4
Ejemplo 4	97,9	96,5	1,7	1,9
Ejemplo 5	93,6	93,9	3,4	1,5
Ejemplo comparativo 2	93,3	82,7	13,7	3,1
Ejemplo 6	98,7	94,8	0,1	3,3
Ejemplo comparativo 3	98,2	88,9	3,6	6,0

5 <Ejemplo 7>

La reacción y el análisis se llevaron a cabo de manera similar al ejemplo 1, excepto porque se utilizaron 0,38 ml (equivalentes a 250 ppm en relación con el peso total de los reactivos cargados en equivalentes de carbonato de sodio) de una solución acuosa al 10% de carbonato de sodio en lugar de 1,87 ml (equivalentes a 500 ppm en relación con el peso total de los reactivos cargados en equivalentes de hidróxido de sodio) de una solución acuosa 1 mol/l de hidróxido de sodio. Como resultado, la conversión fue del 83,1% y las selectividades de MPD, MPAE y MVL fueron del 93,2%, 2,1% y 2,5% respectivamente.

15 <Ejemplo 8>

La reacción y el análisis se llevaron a cabo de manera similar al ejemplo 1, excepto porque se utilizaron 0,54 ml (equivalentes a 100 ppm en relación con el peso total de los reactivos cargados en equivalentes de hidróxido de potasio) de una solución acuosa 0,5 mol/l de hidróxido de potasio en lugar de 1,87 ml (equivalentes a 500 ppm en relación con el peso total de los reactivos cargados en equivalentes de hidróxido de sodio) de una solución acuosa 1 mol/l de hidróxido de sodio. Como resultado, la conversión fue del 86,8% y las selectividades de MPD, MPAE y MVL fueron del 93,8%, 2,0% y 2,9%, respectivamente.

<Ejemplo 9>

La reacción y el análisis se llevaron a cabo de manera similar al ejemplo 1, excepto porque se utilizaron 0,067 ml (equivalentes a 500 ppm en relación con el peso total de los reactivos cargados) de trietanolamina en lugar de 1,87 ml (equivalentes a 500 ppm en relación con el peso total de los reactivos cargados) de hidróxido de sodio de una solución acuosa 1 mol/l de hidróxido de sodio. Como resultado, la conversión fue del 84,6% y las selectividades de MPD, MPAE y MVL fueron del 94,3%, 3,3% y 1,7%, respectivamente.

<Ejemplo 10>

La presente invención se llevó a cabo de la siguiente manera en un proceso continuo utilizando las instalaciones mostradas en la figura 1.

En un reactor -1- con un volumen interno de 1 m³, se cargó BK-113AW de níquel Raney modificado con 1,2% en peso de molibdeno (concentración en la solución de reacción: 0,5% en peso) y MHP. El reactor -1- se mantuvo a 0,88 MPa (presión manométrica) con hidrógeno gaseoso y la hidrogenación se inició a una temperatura de reacción de 120°C. Cuando la conversión de MHP fue del 98% y mayor, se suministró MHP continuamente a una velocidad de 30 l/h y también una solución acuosa al 25% de hidróxido de sodio de forma intermitente al reactor -1-, de modo que la concentración de hidróxido de sodio en la solución de reacción se mantuvo en el intervalo comprendido entre 150 y 250 ppm (en peso), y se extrajo parte de la mezcla de reacción obtenida y el BK-113AW se separó y se recuperó mediante un separador de sólido y líquido -2- y se devolvió al reactor -1- para su reutilización en la presente reacción. El tiempo de retención de la solución de reacción en el reactor -1- fue de 24 horas. La medición por cromatografía de gases puso de manifiesto que la composición de la fase líquida del reactor -1- fue MPD: 92,3%, MPAE: 0,1% y MVL: 2,0%. Por otra parte, la mezcla de reacción separada del BK-113AW por el separador de sólido y líquido -2- se rectificó suficientemente mediante un evaporador -3- y una columna de destilación -4-. La medición por cromatografía de gases puso de manifiesto que la composición del destilado de la parte superior de la columna de destilación -4- fue MPD: 99,1%, MPAE: 0,1% y MVL: no se detectó. Tras prolongar la hidrogenación continua durante 6 meses, no se encontró ninguna muestra de degradación de la actividad del catalizador de hidrogenación utilizado repetidamente y la conversión se mantuvo en un 99% desde el primer día de la reacción.

A partir de los resultados de los ejemplos 1 a 9 y los ejemplos comparativos 1 a 3, la adición de un compuesto básico en la hidrogenación de MHP permitió la obtención de MPD de pureza más elevada mediante la reducción efectiva de los subproductos tales como MPAE y MVL en comparación con la no adición de dicho compuesto básico. Además, a partir del resultado del ejemplo 10, se puede deducir que la adición de un compuesto básico en la hidrogenación de MHP permite la eliminación efectiva de la subgeneración de MPAE y MVL que provoca la desactivación del catalizador de hidrogenación y, por lo tanto, se puede mantener elevada la actividad del catalizador de hidrogenación durante un periodo prolongado.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de 3-metil-1,5-pentanodiol por hidrogenación de 2-hidroxi-4-metiltetrahidropirano en presencia de un catalizador de hidrogenación, en el que dicho procedimiento se caracteriza por llevar a cabo dicha hidrogenación, además, en presencia de un compuesto básico.
- 5

FIG.1

