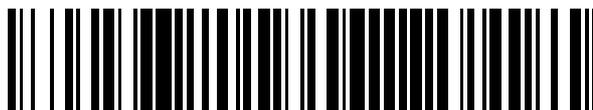


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 557 437**

51 Int. Cl.:

**C07C 1/22** (2006.01)

**C07C 9/15** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.07.2011 E 11175710 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.12.2015 EP 2415738**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de alcanos saturados lineales a partir de alcoholes primarios**

30 Prioridad:

**05.08.2010 DE 102010033523**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**26.01.2016**

73 Titular/es:

**SALTIGO GMBH (100.0%)  
51369 Leverkusen, DE**

72 Inventor/es:

**MINDACH, OLAF;  
KURTH, UDO;  
LÜTZENKIRCHEN, MARKUS y  
LANGE, ALEXANDER**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**ES 2 557 437 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).

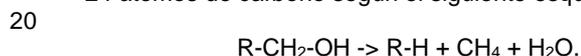
## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de alcanos saturados lineales a partir de alcoholes primarios

5 Se describe un procedimiento para la preparación de alcanos saturados lineales a partir de alcoholes primarios mediante deshidroximetilación de los alcoholes primarios en presencia de un catalizador e hidrógeno, en el que la presión de hidrógeno se encuentra en el intervalo de 50 a 150 bar y la temperatura de reacción se encuentra en el intervalo de 150 °C a 250 °C y como catalizador se usa un catalizador de rutenio. El procedimiento se realiza a este respecto como el denominado procedimiento en lodo.

10 Los alcanos saturados lineales se usan como aditivos para la producción de preparaciones cosméticas tales como por ejemplo cremas, geles, lociones, emulsiones, ceras/grasas o polvos y pomadas. Habitualmente se usan a este respecto alcanos saturados lineales impares con un número de C en el intervalo de 7 a 23 átomos de carbono. Los ejemplos de tales compuestos son n-nonano, n-undecano, n-tridecano o n-heptadecano. Habitualmente se usan estos alcanos lineales primarios a este respecto también como mezcla, por ejemplo mezcla de alcanos C<sub>11</sub>/C<sub>13</sub> en formulaciones cosméticas.

15 Se preparan estos alcanos saturados lineales mediante deshidroximetilación catalítica de alcoholes grasos con 8 a 24 átomos de carbono según el siguiente esquema de reacción:



25 El alcohol graso primario es lineal y presenta habitualmente un número de átomos de carbono par y tiene por consiguiente en la cadena de carbono un átomo de carbono más que el alcano lineal preparado a partir del mismo.

Los alcoholes grasos con una longitud de cadena de carbono en el intervalo de C<sub>8</sub>-C<sub>24</sub> se preparan según procedimientos en sí conocidos a partir de materias primas renovables, tales como por ejemplo aceite de coco, de palma o de palmiste a través de la transesterificación con metanol o etanol e hidrogenación posterior.

30 El estado de la técnica en el caso de la deshidroximetilación de alcoholes grasos es la reacción en el lecho sólido en catalizadores de níquel o de níquel/cobre, tal como se describe por ejemplo en Helvetica Chimica Acta, vol. 60, fasc 8 (1977 - n.º 290.)

35 Por el documento WO 2007/068371 se conoce un denominado procedimiento en lodo para la preparación de alcanos saturados lineales a partir de alcoholes grasos, en el que la reacción se realiza igualmente en catalizadores de níquel con hidrógeno a temperaturas de aproximadamente 250 °C y presiones entre 20 y 200 bar. Es desventajoso en este procedimiento que el agua formada durante la reacción deba separarse continuamente de la mezcla de reacción, dado que si no se vería perjudicada la deshidroximetilación catalítica según este procedimiento.

40 Según el procedimiento conocido hasta ahora para la preparación de alcanos saturados lineales a partir de alcoholes grasos se usan catalizadores de níquel. A este respecto, al producto final pueden llegar trazas del catalizador de níquel, lo que en caso de su uso en formulaciones cosméticas podría conducir de manera indeseada a reacciones alérgicas de la piel.

45 Por tanto, el objetivo de la presente invención era poner a disposición un nuevo procedimiento para la preparación de alcanos saturados lineales a partir de la deshidroximetilación de alcoholes lineales primarios tales como por ejemplo mezclas de alcoholes, en el que el agua de reacción producida no perjudica la reacción catalítica del alcohol primario para dar el alcano saturado lineal. Se encontró ahora un procedimiento para la preparación de alcanos saturados lineales, en el que se usa como catalizador un catalizador de rutenio.

50 Por tanto, el objeto de la invención es un procedimiento para la preparación de alcanos saturados lineales a partir de alcoholes lineales primarios mediante deshidroximetilación de los alcoholes primarios en presencia de un catalizador e hidrógeno con una presión en el intervalo de 50 a 150 bar y una temperatura en el intervalo entre 150 °C y 250 °C, en el que el catalizador es un catalizador de rutenio. Los catalizadores de rutenio se usaron hasta ahora principalmente para la reducción de aldehídos y cetonas.

55 Su uso para la deshidroximetilación catalítica de alcoholes primarios para dar alcanos saturados lineales no se había descrito aún hasta ahora. Con el uso de acuerdo con la invención de estos catalizadores no se perjudica la deshidroximetilación catalítica mediante el agua de reacción producida durante esta reacción, de modo que según el procedimiento de acuerdo con la invención puede suprimirse de manera ventajosa la separación continua del agua de reacción del sistema de reacción. En comparación con el procedimiento anterior según el estado de la técnica, en el que se usaban siempre catalizadores de níquel, puede realizarse el procedimiento de acuerdo con la invención por consiguiente no sólo de manera energéticamente más eficaz sino también de manera más sencilla.

65 El procedimiento se realiza a este respecto como el denominado procedimiento de fondo, es decir que el catalizador, dado el caso suspendido en un disolvente, se dispone en un recipiente a presión que puede agitarse (por ejemplo

autoclaves) y entonces en este recipiente a presión se introduce en primer lugar el gas hidrógeno a la presión indicada y a la temperatura indicada y entonces el alcohol primario o la mezcla de alcoholes primarios.

5 Como catalizadores son adecuados catalizadores de rutenio soportados así como no soportados. Se prefieren a este respecto los catalizadores de rutenio soportados, en particular catalizadores de rutenio soportados en carbón. Un ejemplo de un catalizador de este tipo es un catalizador de rutenio soportado en carbón con el 5 % en peso de rutenio (por ejemplo que puede obtenerse comercialmente con la denominación K-0401® de la empresa Hereaus).

10 El catalizador se usa habitualmente en una cantidad del 0,1 % al 10 % en peso con respecto a la cantidad de alcoholes grasos primarios. Preferentemente, la cantidad de catalizador asciende a este respecto a del 0,5 % al 7 % en peso, de manera especialmente preferente del 1 % al 5 % en peso.

15 La temperatura, a la que se realiza el procedimiento de acuerdo con la invención, se encuentra en el intervalo de 150 °C a 250 °C, preferentemente en el intervalo de 175 °C a 225 °C, de manera especialmente preferente en el intervalo de 185 °C a 215 °C.

La duración de la reacción se encuentra en el intervalo de 15 a 180 min.

20 Como alcoholes lineales se usan alcoholes grasos de fórmula R-OH, en la que R representa un resto alquilo lineal saturado de cadena lineal con 8 a 24 átomos de carbono, preferentemente de 8 a 18 átomos de carbono, en particular de 12 a 16 átomos de carbono. Además de los alcoholes grasos puros pueden usarse a este respecto también mezclas de alcoholes de alcoholes con distinto número de carbonos par. Un ejemplo de una mezcla de alcoholes de este tipo es por ejemplo una mezcla de un alcohol con 12 átomos de carbono y un alcohol con 14 átomos de carbono. Las mezclas de alcoholes de este tipo pueden obtenerse comercialmente.

25 Según el procedimiento de acuerdo con la invención pueden obtenerse fácilmente los alcanos impares, por lo demás difícilmente accesibles según otros procedimientos, por ejemplo una mezcla de alcanos C<sub>11</sub>/C<sub>13</sub> a partir de una mezcla de alcoholes C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>.

30 Ha resultado ventajoso disponer el catalizador en la mezcla con el producto final deseado como disolvente (como alternativa puede usarse también otro disolvente) y en las condiciones de presión o temperatura indicados añadir el gas hidrógeno y añadir mediante bombeo el alcohol primario, dejar transcurrir la reacción en las condiciones de reacción indicadas durante una duración de 15 a 180 min y a continuación agitar posteriormente la mezcla de reacción aún algún tiempo a temperatura más baja (por ejemplo 150-200 °C). A continuación se separa por filtración el catalizador de la mezcla de reacción que contiene el producto final. El catalizador separado por filtración puede usarse entonces de nuevo en mezcla con algo de producto final para otra reacción. Mediante una separación de fase (agua/alcano) de la mezcla de reacción separada del catalizador se obtiene entonces el alcano puro o mezcla de alcanos. Los rendimientos de alcanos lineales primarios con longitud de cadena impar se encuentran a este respecto en el procedimiento de acuerdo con la invención en por encima del 95 %. En caso deseado puede realizarse aún otro procesamiento destilativo del alcano lineal primario obtenido o de la mezcla de alcanos obtenida.

Los siguientes ejemplos explicaran adicionalmente la invención, sin limitarla sin embargo en su alcance.

### Ejemplos

#### 45 Ejemplo 1:

Reacción de una mezcla de alcoholes grasos con una longitud de cadena de principalmente C<sub>12</sub> y C<sub>14</sub> (espectro C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>):

50 Se dispusieron 400 g de una mezcla de alcanos C<sub>11</sub>/C<sub>13</sub> y 100 g de un catalizador de Ru al 5 %/C humedecido con agua (K-0401® de la empresa Heraeus (50 % de agua)) en un recipiente a presión que puede agitarse y se calentaron con 50 bar de hidrógeno hasta 215 °C. Al alcanzar la temperatura se aumentó la presión hasta 150 bar de H<sub>2</sub> y se añadieron mediante bombeo en el intervalo de 127 min 1000 g de una mezcla de alcoholes C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub> (Lorol C12-14S® (empresa Cognis GmbH). Tras la adición mediante bombeo se redujo la temperatura hasta 200 °C y se agitó aún en total durante 75 min. Después se enfrió la mezcla de reacción, se distendió y se separó el catalizador por filtración. Se obtuvo como resultado un peso de salida de 1310 g.

Un análisis de CG dio como resultado la siguiente composición:

60

99,1 %	suma de hidrocarburos C <sub>9</sub> -C <sub>18</sub> de los cuales el 95,9 % con longitud de cadena impar
<0,1 %	suma de alcoholes grasos
<0,1 %	productos de reacción diméricos

65 Se obtuvo un producto incoloro, muy fluido, de escaso olor.

**Ejemplo 2:**

5 Se dispusieron 400 g de una mezcla de alcanos C<sub>11</sub>/C<sub>13</sub> y 93 g del catalizador tal como se menciona en el ejemplo 1, en un recipiente a presión que puede agitarse y se calentaron con 50 bar de hidrógeno hasta 215 °C. Al alcanzar la temperatura se aumentó la presión hasta 150 bar de H<sub>2</sub> y se añadieron mediante bombeo en el intervalo de 125 min 1000 g de una mezcla de alcoholes C<sub>12</sub>/C<sub>14</sub> (Lorol C12-14S<sup>®</sup>, empresa Cognis GmbH). Tras la adición mediante bombeo se redujo la temperatura hasta 200 °C y se agitó aún en total durante 76 min. Después se enfrió la mezcla de reacción, se distendió y se separó el catalizador por filtración. Se obtuvo como resultado un peso de salida de 1325 g.

10 Un análisis de CG dio como resultado la siguiente composición:

15	99,0 %	suma de hidrocarburos C <sub>9</sub> -C <sub>18</sub> de los cuales el 95,5 % con longitud de cadena impar
	<0,1 %	suma de alcoholes grasos
	<0,1 %	productos de reacción diméricos

Se obtuvo un producto incoloro, muy fluido, de escaso olor.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento para la preparación de alcanos saturados lineales a partir de alcoholes lineales primarios de fórmula R-OH, en la que R representa un resto alquilo lineal saturado de cadena lineal con de 8 a 24 átomos de carbono, mediante deshidroximetilación de los alcoholes primarios en presencia de un catalizador e hidrógeno con una presión en el intervalo de 50 a 150 bar y una temperatura en el intervalo de 150 a 250 °C, en el que el catalizador, dado el caso suspendido en un disolvente, se dispone en un recipiente a presión que puede agitarse y entonces en este recipiente a presión se introduce en primer lugar el gas hidrógeno a la presión indicada y a la temperatura indicada y después el alcohol primario o la mezcla de alcoholes primarios, **caracterizado por que** el catalizador es un catalizador de rutenio y el agua formada durante la deshidroximetilación de los alcoholes primarios no se separa de la mezcla de reacción durante la reacción.
- 10
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** el catalizador se usa en una cantidad en el intervalo del 0,1 al 10 % en peso con respecto a la cantidad de alcohol primario.
- 15
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado por que** el catalizador es un catalizador de rutenio soportado en carbón.
- 20
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** el alcohol primario es una mezcla de alcoholes de alcoholes con distinto número de carbonos par.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** la temperatura se encuentra en el intervalo de 175 a 225 °C.
- 25
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** tras finalizar la deshidroximetilación se separa el catalizador de la mezcla de reacción y dado el caso se usa de nuevo en una mezcla con el alcano producido en otra reacción.