

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 667 220**

51 Int. Cl.:

C07C 319/20 (2006.01)

C07C 323/60 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.07.2005** **E 15186588 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.03.2018** **EP 2987785**

54 Título: **Procedimiento para la producción de 3-(metil)propanal**

30 Prioridad:

05.08.2004 DE 102004038053

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

10.05.2018

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**WECKBECKER, CHRISTOPH y
DÜBNER, FRANK**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 667 220 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 producción de 3-(metiltio)propanal

5 El objeto de la invención se refiere a un procedimiento catalítico para la producción de 2-hidroxi-4-(metiltio)butanonitrilo. La invención describe en especial un proceso para la síntesis de MMP-cianhidrina bajo empleo de nuevos catalizadores de adición.

Estado de la técnica

10 3-(metiltio)propanal (MMP) y 2-hidroxi-4-(metiltio)butanonitrilo (MMP-cianhidrina) son intermedios para la síntesis de D,L-metionina y el análogo hidroxilado de metionina ácido 2-hidroxi-4-metiltiobutírico (MHA). Metionina es un aminoácido esencial que se emplea, entre otras cosas, como complemento en piensos. MHA es un sustituto de metionina líquido con menor disponibilidad biológica.

15 MMP se obtiene mediante adición catalítica de metilmercaptano (Mc) a acroleína (Ac). Por regla general se introduce acroleína líquida con metilmercaptano en un reactor, en el que se presentan ya MMP líquido y el catalizador disuelto (DT 2320544). Es igualmente conocido el empleo de acroleína gaseosa con metilmercaptano (FR 7520183, FR 7917827, WO 97/00858). La reacción entre metilmercaptano y acroleína se puede llevar a cabo de manera discontinua o continua (US 4,225,515, US 5,352,837). Como catalizadores convencionales sirven bases orgánicas, por ejemplo aminas terciarias, como hexametilentetraamina, trialkilaminas, por ejemplo trietil- o trietanolamina, bencilaminas, piridinas, por ejemplo 2-fluorpiridina y 4-dimetilacetopiridina, picolina, pirazina, imidazol y nicotinamida, pero también acetato de cobre (II), metilmercaptido de mercurio y peróxidos orgánicos.

20 También se mencionó el empleo de intercambiadores iónicos (FR 7520183). El verdadero catalizador de adición se combina habitualmente con un catalizador auxiliar, un ácido orgánico, por ejemplo ácido acético, ácido cítrico o ácido fórmico, o un ácido mineral, por ejemplo ácido sulfúrico o fosfórico, para inhibir por un lado la polimerización de acroleína, es decir, la formación de productos secundarios no deseados, y para aumentar por otro lado el rendimiento general mediante acondicionamiento de la base añadida. El catalizador no se recupera y se pierde durante la elaboración.

25 Las concentraciones de catalizador típicas se sitúan en un 0,001 a un 0,005 % en moles, referido a metilmercaptano. La cantidad necesaria de ácido, típicamente ácido acético, se sitúa entre un 0,5 y un 50 % en moles. Para simplificar el procedimiento de producción de MMP, catalizador y ácido se pueden mezclar previamente en una premezcla y añadir con dosificación como disolución. La concentración de premezcla de catalizador en medio de reacción MMP líquido asciende habitualmente a 0,2 a 0,75 en peso. Una vez concluida la reacción se separa MMP de los productos auxiliares y secundarios mediante destilación. Durante la purificación destilativa del producto de adición obtenido de este modo, la premezcla de catalizador se pierde y se debe eliminar a través de la cola de destilación o del gas de escape, según punto de ebullición. En principio, partes de catalizador o de ácido añadido pueden pasar a través de la cabeza durante la destilación, e impurificar el MMP puro deseado.

35 Mediante reacción con cianuro de hidrógeno (ácido cianhídrico) bajo empleo de catalizadores apropiados, a partir de MMP se puede producir la MMP-cianhidrina 2-hidroxi-4-(metiltio)butanonitrilo. Los catalizadores apropiados son las bases citadas anteriormente, que también catalizan la adición de metilmercaptano en acroleína, por ejemplo piridina (US 2,542,768) o trietilamina. Mediante hidrólisis de MMP-cianhidrina, por ejemplo con ácidos minerales, se obtiene MHA. La metionina se produce mediante reacción de MMP-cianhidrina con hidrogenocarbonato amónico bajo formación de hidantoína, que se puede saponificar con una base, por ejemplo carbonato potásico o hidróxido sódico. La liberación de metionina se efectúa con dióxido de carbono o ácido sulfúrico.

Tarea de la invención

Era tarea de esta invención poner a disposición un procedimiento catalítico que posibilitara tanto la adición de metilmercaptano en acroleína, como también la reacción ulterior del producto de reacción para dar MMP-cianhidrina, sin consumir en este caso el catalizador o un ácido adicional.

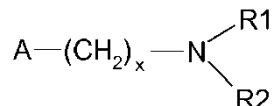
45 Descripción de la invención

También se describe un procedimiento para la producción de 3-(metiltio)propanal, en el que un sistema catalizador novedoso posibilita la adición de metilmercaptano en acroleína. No obstante, la invención es un procedimiento en el que este sistema catalizador novedoso cataliza la reacción entre MMP y ácido cianhídrico para la síntesis de MMP-cianhidrina.

50 La invención es especialmente un procedimiento para la producción continua de MMP-cianhidrina bajo empleo de

catalizadores heterogéneos, que son insolubles en el medio de reacción y, por lo tanto, no se consumen. La adición de catalizadores auxiliares, como ácidos orgánicos, por ejemplo ácido acético, no es necesaria.

Los nuevos catalizadores tienen la fórmula general (I)



5 (Fórmula I)

10 siendo R_1 y R_2 hidrógeno, alquilo con longitudes de cadena entre C_1 y C_{12} , arilo o heteroarilo. R_1 puede ser diferente a R_2 . X es un número entre 0 y 6. A es una resina natural o sintética, por ejemplo poliestireno. En especial se seleccionan las bases unidas a polímero a partir de la serie de dialquilaminoalquilpoliestirenos homólogos y resinas macrorreticulares de dialquilamino, especialmente a partir de dimetilaminoetilpoliestireno, dietilaminoetilpoliestireno, dimetilaminometilpoliestireno, resina macrorreticular de dietilaminometilo, y sobre todo dietilaminometilpoliestireno. Las citadas bases se aplican parcialmente ya en otros sectores de aplicación de química en fase sólida (WO 03/009936, US 4,440,676), y algunas se encuentran disponibles en el comercio. Además es posible la síntesis de derivados especiales de manera sencilla a partir de resinas descritas, por ejemplo resina Merrifield.

15 Ya que los catalizadores no son solubles en el producto de reacción ni en uno de los reactivos implicados, es empleable una cantidad de catalizador arbitraria para la reacción, que conduzca a conversiones y selectividades suficientes. Para facilitar el control de reacción, es decir, dosificación de los reactivos, transporte de los eductos en los centros activos del catalizador y descarga del calor de reacción, debía estar presente un medio de reacción en el que el catalizador fuera convenientemente hinchable. Una resina es convenientemente hinchable en un disolvente si ésta puede absorber una masa propia en disolvente igual a quintuple. En este caso, la resina aumenta su volumen bajo absorción del disolvente. Preferentemente, MMP, o bien la propia MMP-cianhidrina puede servir como matriz para la reacción. No obstante, también son empleables todos los disolventes de uso común, en los que son solubles al menos parcialmente los reactivos, pero no el catalizador, por ejemplo hidrocarburos, hidrocarburos halogenados o éteres. Disolventes reactivos, como agua, alcoholes y cetonas, que pueden formar productos secundarios no deseados con los eductos o los productos, son menos apropiados y empleables solo bajo ciertas circunstancias. Respecto a los centros activos, en ensayos discontinuos para la síntesis de MMP (no según la invención) se ofrece una proporción molar de catalizador respecto a acroleína de 0,001 a 0,02, preferentemente de 0,001 a 0,01, de modo especialmente preferente de 0,001 a 0,005. En reacciones continuas, en las que los reactivos y el medio de reacción fluyen continuamente pasando por el catalizador, la proporción de masa de acroleína respecto a masa de catalizador por hora (valor LHSV, m/m^*h) se sitúa entre 0,1 y 100, preferentemente entre 1 y 50, de modo especialmente preferente entre 5 y 50. La proporción entre el medio de reacción respecto a acroleína en ensayos discontinuos se selecciona entre 0,1 y 2. En procedimientos continuos, la proporción de corriente másica de medio de reacción respecto a acroleína se sitúa entre 0,5 y 20. Para la consecución de una buena conversión de reactivos y para la consecución de una degradación reducida, las cantidades de eductos empleados se regulan de modo que se mantenga un ligero exceso de metilmercaptano en la mezcla de reacción. El exceso se debía situar en una base molar entre un 0,01 y un 1 %, preferentemente entre un 0,05 y un 0,2 %. Un exceso de acroleína conduce a la formación acrecentada de residuos de punto de ebullición elevado y, por lo tanto, no es deseable. En el caso de puesta en práctica de la reacción, la presión no es un factor crítico. Ésta puede oscilar dentro de amplios límites. No obstante, ya que una presión demasiado elevada, debido a compresión del lecho de catalizador, puede reducir su actividad, se debían evitar presiones por encima de 10 bar. Es preferente llevar a cabo la reacción a presión atmosférica.

La temperatura de reacción se puede seleccionar entre -20 y $100^\circ C$ según presión y medio de reacción. A presión atmosférica y con MMP como matriz se ofrecen temperaturas entre 0 y $60^\circ C$, en especial temperaturas entre 30 y $50^\circ C$. Por encima de estas temperaturas, la selectividad, o bien la formación de MMP se reduce, mientras que, por debajo de $0^\circ C$, la velocidad de reacción es demasiado reducida para poder ofrecer ventajas económicas.

En la producción discontinua de MMP se dispone en el reactor un contenido inicial en MMP, o bien medio de reacción. El catalizador se suspende en este medio de reacción. Es necesario dejar hinchar el catalizador en el medio de reacción antes del comienzo de la reacción, es decir, en el caso de primer empleo, para posibilitar una accesibilidad de centros activos lo mayor posible. A continuación se introducen los materiales de partida metilmercaptano y acroleína simultáneamente. El calor de reacción se descarga mediante elementos de inserción o reconversiones convenientes.

Es ventajoso disponer en primer lugar aproximadamente un 10 % de metilmercaptano, y proseguir solo entonces con la introducción de acroleína y de metilmercaptano restante. Metilmercaptano se disuelve con tono térmico bajo

formación de un hemitioacetal en MMP. De este modo se garantiza un exceso continuo de metilmercaptano durante la reacción. Un exceso de metilmercaptano conduce a selectividades más elevadas y, de este modo, a la minimización de productos secundarios de punto de ebullición elevado. En el caso de disposición suficiente de MMP es posible disponer el metilmercaptano completo, y solo a continuación añadir acroleína.

5 Una vez concluida la reacción, el producto se separa de catalizador por filtración y, en caso dado, se puede purificar adicionalmente. Si el producto de reacción MMP no es soluble en el medio de reacción, éste se puede separar del medio de reacción mediante separación de fases. El catalizador y el medio de reacción se pueden emplear de nuevo en reacciones sucesivas directamente y sin hinchamiento ulterior. En el caso de empleo de MMP como medio de reacción es ventajoso excluir solo una parte de MMP formado, y retener un contenido de operación correspondiente con el catalizador para las cargas siguientes. Si el MMP crudo se hace reaccionar ulteriormente para dar MMP-cianhidrina, esto se consigue fácilmente mediante adición con dosificación de cantidades equimolares de ácido cianhídrico en el medio de reacción con catalizador según la invención. En la producción discontinua, a tal efecto se debe concluir la reacción completa de acroleína con metilmercaptano. No es necesaria una purificación de MMP crudo. En la producción continua, la dosificación de ácido cianhídrico se puede efectuar en un punto del lecho de catalizador en el que la conversión a MMP es completa. También es posible un bucle de reacción postconectado con lecho de catalizador separado. Para evitar productos secundarios innecesarios, la reacción se debía realizar con un exceso de ácido cianhídrico. El exceso molar de ácido cianhídrico, referido a MMP, se debía situar entre un 0,01 y un 10 %, preferentemente entre un 0,05 y un 1 %. La temperatura de reacción se debía situar entre 0 y 100°C, preferentemente entre 20 y 70°C. Se puede emplear ácido cianhídrico tanto licuado, como también gaseoso.

20 Descripción breve de las figuras

La Figura 1 representa una estructura esquemática de una producción continua de MMP con el catalizador en fase sólida heterogéneo según la invención en un reactor de lecho fijo (no según la invención).

La Figura 2 representa una estructura esquemática de una producción continua de MMP con el catalizador en fase sólida heterogéneo según la invención en un reactor de lecho fijo, ampliada para la reacción según la invención de MMP para dar MMP-cianhidrina con una dosificación de ácido cianhídrico, o bien, en caso dado, alrededor de un bucle de reacción de cianhidrina separado.

En la Figura 1, el aparato central es un reactor de lecho fijo con carga de catalizador y bomba de circulación. En la circulación, que también contiene un cambiador de calor, están presentes instalaciones de dosificación para la introducción de metilmercaptano y acroleína, y una esclusa para la extracción de la mezcla de reacción de MMP producida. Si el medio de reacción es diferente a MMP, debido al esclusado continuo se debe dosificar adicionalmente una cantidad correspondiente de disolvente extraído en el bucle de reacción. La dosificación de metilmercaptano se encuentra preferentemente antes de la adición de acroleína. Esto garantiza un exceso temporal de metilmercaptano al comienzo de la reacción. Sin embargo, puede ser ventajoso añadir un pequeño exceso de metilmercaptano en contra de la estequiometría necesaria en el medio. El exceso se puede situar entre un 0,01 y un 1 %. Cantidades más elevadas no conducen a una mejora del rendimiento en acroleína.

El tiempo de residencia de los reactivos en el catalizador se determina a través del volumen de catalizador y el flujo. La proporción de masa de acroleína respecto a masa de catalizador por hora (valor $LHSVt$, m/m^*h) se sitúa preferentemente entre 0,1 y 100, preferentemente entre 1 y 50, de modo especialmente preferente entre 5 y 50. La proporción másica medio de reacción respecto a acroleína se debía situar entre 1 y 20. La descarga de calor en el catalizador se regula de modo que se alcanza una temperatura entre 30 y 50°C. La reacción se lleva a cabo sin presión. Son posibles presiones más elevadas, pero éstas no tienen influencia sobre la conversión.

Si el MMP generado se debe hacer reaccionar ulteriormente para dar MMP-cianhidrina según la invención, la estructura se amplía en una dosificación de ácido cianhídrico, o bien, en caso dado, un bucle de reacción de cianhidrina separado, como se representa en la figura 2.

45 El procedimiento según la invención tiene la ventaja de no consumir ningún catalizador o agente auxiliar catalizador. Esto es económico y sostenible. Además, el producto de reacción MMP, o bien MMP-cianhidrina, no se impurifica debido a catalizadores o agentes auxiliares catalizadores. Por una parte, esto facilita la elaboración de los productos, y por otra parte minimiza reacciones secundarias no deseadas en etapas sucesivas, que se provocan por restos de catalizadores.

50 La presente invención se explica más detalladamente a continuación por medio de ejemplos de realización. Éstos sirven solo para la ilustración de la invención, y en ningún caso se deben considerar como limitación en tipo y alcance.

Ejemplo 1

1.1 Síntesis de resina de dimetilaminometilpoliestireno

En un autoclave de laboratorio comercial se introducen 5 g (4,5 mmoles) de resina Merrifield [CAS 55844-94-5] (0,9 mmoles de Cl/g), 6,9 g (50 mmoles) de trietilamina y 200 ml de disolución de dimetilamina (400 mmol, 2 M en tetrahidrofurano, THF). La mezcla se calienta durante cinco horas a 85°C. Tras enfriamiento y descompresión se succiona a través de una frita de vidrio, y la torta de filtración se lava primeramente con agua en medio exento de cloruro, y a continuación se lava adicionalmente con 200 ml de THF. La resina desecada a 60°C se puede emplear directamente en ensayos sucesivos tras hinchamiento. Se obtienen 4,8 g de producto, que está constituido en > 90 % por la resina funcionalizada con dimetilbencilamina según NMR. Además de cloruro de bencilo no transformado, alcohol bencílico es una funcionalidad secundaria.

10 1.2 Síntesis discontinua de 3-(metiltio)propanal (no según la invención)

En un matraz de reacción con embudo de goteo e introducción de gas se dispersan 0,5 g de resina de dimetilaminometilpoliestireno (actividad aproximadamente 18 mmol/l de MMP) en 25 ml de MMP puro destilado como alimentación. Se deja hinchar la resina 1h. A 0°C se introducen a continuación en el intervalo de 10 minutos 10 g (208 mmoles) de metilmercaptano, que se disuelve inmediatamente bajo formación de un MMP-semimercaptal. Una vez concluida la alimentación se añaden 11,5 g (205 mmoles) de acroleína, y se agita posteriormente a 0°C. Después de dos horas se separa el catalizador por filtración y se analiza el MMP. Se obtiene un rendimiento en acroleína de un 98 % y un rendimiento de un 95 %. El residuo en la cola en la destilación de MMP crudo asciende a un 0,19 %.

El catalizador separado por filtración se puede emplear directamente en ensayos sucesivos sin hinchamiento adicional. Un empleo décuplo no muestra pérdida de actividad.

1.3 Síntesis discontinua de 2-hidroxi-4-(metiltio)-butanonitrilo

Para la reacción ulterior con ácido cianhídrico no se filtra el catalizador, sino que a la mezcla de reacción de MMP se añade gota a gota ácido cianhídrico (12,6 g, 466 mmoles, 1,05 eq.) bajo refrigeración a aproximadamente 35°C en el intervalo de 30 min. Una vez concluida la reacción se separa del catalizador por filtración. Se obtienen 62 g de MMP-cianhidrina con una pureza de > 98 %. La reutilización múltiple del catalizador no conduce a una pérdida de actividad.

1.4 Síntesis continua de 3-(metiltio)propanal (no según la invención), o bien de MMP-cianhidrina

En un tubo de reacción se cargan 4 mmoles de resina de dimetilaminometilpoliestireno hinchada previamente en MMP (correspondientes a 4,4 g anhidros). El tubo de reacción se une a la bomba en un bucle de circulación alimentado con MMP puro. La capacidad en el bucle asciende aproximadamente a 5 ml. Otra bomba permite la introducción de acroleína antes del tubo de reacción. Una válvula permite además la introducción de metilmercaptano líquido o gaseoso en la corriente. Un cambiador de calor acompañante sirve para el temperado del bucle de reacción a 50°C. Para el inicio de la reacción se añaden con dosificación 0,25 g de acroleína / min y 0,21 g de metilmercaptano / min. La cantidad volumétrica alimentada al bucle de reacción se extrae sin presión en un punto de esclusado. La proporción volumétrica alimentación respecto a circuito asciende a 1/5. La reacción se encuentra en estado estacionario después de aproximadamente 30 min. El análisis de una muestra representativa de MMP crudo proporciona conversiones de acroleína > 99 % y purezas de MMP de aproximadamente un 93 %.

La cantidad de MMP extraída en el bucle de reacción se hace reaccionar en un segundo bucle de reacción según la invención para dar MMP-cianhidrina. Estructura y régimen corresponden a la anterior descripción respecto a la reacción de acroleína con metilmercaptano. La cantidad de catalizador asciende a 4 mmoles, la cantidad de alimentación de HCN asciende a 0,12 g / min. La cantidad volumétrica alimentada al bucle de reacción se extrae sin presión en un punto de esclusado. La proporción volumétrica alimentación respecto a circuito asciende a 1/5, la temperatura se mantiene a 40°C. La reacción se encuentra en estado estacionario después de aproximadamente 30 min. El análisis de una muestra de MMP-cianhidrina representativa proporciona conversiones en MMP > 99 % y purezas de aproximadamente un 92 %.

Ejemplo 2

2.1 Síntesis de resina de dietilaminometilpoliestireno

En un matraz de agitación con refrigerante de reflujo se suspenden 30 g (27 mmoles) de resina Merrifield [CAS 55844-94-5] (0,9 mmoles Cl/g), 30,4 g (300 mmoles) de trietilamina y 87,8 g (1,20 moles) de dietilamina en 420 ml de metilisobutilcetona. La mezcla se mantiene a reflujo durante 6 horas. Tras enfriamiento a temperatura ambiente se succiona a través de una frita de vidrio y se lava la torta de filtración con agua en medio exento de cloruro. La resina desecada a 60°C se puede emplear directamente en ensayos sucesivos tras hinchamiento. Se obtienen 32 g de

producto, que está constituido en > 90 % por la resina funcionalizada con dietilbencilamina según NMR. Además de cloruro de bencilo no transformado, alcohol bencílico es una funcionalidad secundaria.

2.2 Síntesis discontinua de 3-(metiltio)propanal

5 Correspondientemente a la realización del ejemplo 1 se hacen reaccionar 0,5 g de resina de dietilaminometilpoliestireno con acroleína y metilmercaptano (no según la invención).

Después de 2 horas se obtiene una conversión de acroleína de > 99% y un rendimiento de > 96 %. El residuo en la cola en la destilación de MMP crudo asciende a un 0,15 %.

La reacción ulterior para dar MMP-cianhidrina según la invención proporciona ésta en conversiones > 99 % en una pureza de > 95 %.

10 El catalizador separado por filtración se puede emplear directamente en ensayos sucesivos sin hinchamiento ulterior. Un empleo décuplo no muestra pérdida de actividad.

2.3 Síntesis continua de 3-(metiltio)propanal (no según la invención)

Correspondientemente a la realización del ejemplo 1 se hacen reaccionar 4,4 g (aproximadamente 4 mmoles) de resina de dietilaminometilpoliestireno con acroleína y metilmercaptano.

15 El análisis de una muestra de MMP crudo representativa proporciona conversiones de acroleína > 99 % y purezas de MMP de aproximadamente un 94 %, mientras que el análisis de una muestra de MMP-cianhidrina representativa tras adición de ácido cianhídrico proporciona conversiones de MMP > 99 % y purezas de aproximadamente un 93 %.

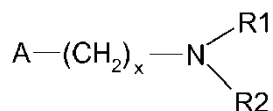
Explicaciones sobre las figuras:

- 20 (1) Entrada de acroleína
(2) Catalizador
(3) Cambiador de calor
(4) Bomba de circulación
(5) Descarga de MMP
25 (6) Entrada de metilmercaptano
(7) Entrada de ácido cianhídrico
(8) Descarga de MMP-cianhidrina

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la producción de 2-hidroxi-4-(metiltio)butanonitrilo mediante adición de ácido cianhídrico a 3-(metiltio)propanal, en presencia de a) un catalizador heterogéneo y b) un medio de reacción, caracterizado por que el catalizador heterogéneo no es soluble en el medio de reacción.

5 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el catalizador heterogéneo tiene la fórmula general



Fórmula I

siendo

R₁ y R₂ hidrógeno, alquilo con longitudes de cadena entre C₁ y C₁₂, arilo o heteroarilo; pudiendo ser

10 R₁ diferente a R₂; siendo

X un número entre 0 y 6, y

A una resina natural o sintética.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por que A en la fórmula I es un poliestireno.

15 4.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por que el catalizador según la fórmula I es una base unida a polímero seleccionada a partir del grupo de dialquilaminoalquilpoliestirenos homólogos o resinas macrorreticulares de dialquilamino.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por que el catalizador según la fórmula I es dietilaminoetilpoliestireno, dietilaminometilpoliestireno, dimetilaminometilpoliestireno, resina macrorreticular de dietilamino.

20 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el medio de reacción es un hidrocarburo, un hidrocarburo halogenado, un éter o 2-hidroxi-4-(metiltio)butanonitrilo.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que el medio de reacción es 2-hidroxi-4-(metiltio)-butanonitrilo.

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que se lleva a cabo a temperaturas de 0°C a 100°C.

25 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por que la temperatura se sitúa entre 20°C y 70°C.

10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la proporción de catalizador respecto a 3-(metiltio)propanal se sitúa entre 0,001 y 0,02.

11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la proporción molar de ácido cianhídrico respecto a 3-(metiltio)propanal se sitúa entre un 0,01 y un 10 %, preferentemente entre un 0,05 y un 1 %.

30 12.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el procedimiento es un procedimiento discontinuo.

13.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el procedimiento es continuo.

Figura 1

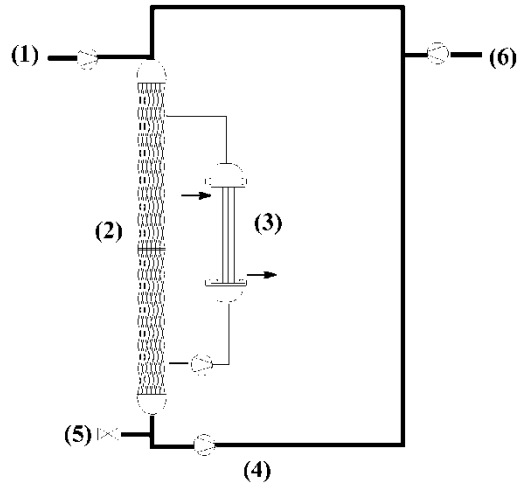


Figura 2

