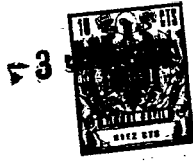


P- 34.997

Pos-10.654 Sumitomo



339752

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LTD.

entidad / de nacionalidad japonesa

con domicilio en 15 Kitahama-5-chome, Higashi-ku, Osaka
Japón

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR BETA-METILMERCAPTO-
PROPIONALDEHIDO"



Este invento se refiere a un procedimiento para producir, con alto rendimiento, beta-metilmercaptopropionaldehido (seguidamente citado como M-aldehido) que se utiliza como compuesto intermedio para preparar metionina que es un aminoácido esencial.

El M-aldehido se obtiene haciendo reaccionar acroleina con metilmercaptano en presencia de un catalizador. Esta reacción es exotérmica y, de acuerdo con las mediciones de los presentes inventores, la cantidad de calor generado en dicha reacción es de aproximadamente 14 kcal/mol. Tanto la acroleina de partida como el M-aldehido producidos son sustancias térmicamente inestables. Particularmente la acroleina es susceptible de ser desnaturalizada o degradada efectuando facilmente una reacción tal como la polimerización. Por lo tanto, en la reacción de acroleina y metilmercaptano se requiere un dispositivo específico para controlar la temperatura de reacción.

Hasta ahora, se han propuesto una variedad de procedimientos para la producción de M-aldehido. Uno de estos es, por ejemplo, un procedimiento discontinuo en el cual un catalizador es añadido a un líquido de acroleina o metilmercaptano, y despues se añade directamente a dicho líquido, con enfriamiento y agitación, metilmercaptano o acroleina en la forma de un líquido o gas. (J. Am. Chem. Soc. 70 1.450 (1948)) En el procedimiento conocido, se han adoptado, con el fin de mantener la temperatura de reacción por debajo de una temperatura definida, recursos o procedimientos para enfriar el sistema de reacción con un medio refrigerador o para controlar la velocidad de adición de los materiales de partida.

Sin embargo, la reacción se acompaña particularmente de una vigorosa generación de calor en la etapa inicial, que eleva

339752



localmente la temperatura del sistema de reacción, con lo que se forman productos de reacción secundarios y es inevitable la disminución de rendimiento. Además, El procedimiento no ha sido favorable en su aptitud de ser reproducido.

Como medida para orillar los anteriores inconvenientes se ha propuesto un procedimiento en el que los reaccionantes son diluidos con disolventes tales como acetales o dióxanos para moderar la generación local de calor en el sistema de reacción (Patente francesa nº 976.673). Sin embargo el procedimiento requiere en realidad la recuperación de disolventes, y por lo tanto no es ventajoso desde el punto de vista industrial.

Se ha propuesto también un procedimiento en el cual un 67 a 90% de la cantidad teórica de acroleína es añadido primeramente a metilmercaptano, y después se añade rápidamente el resto de la acroleína para efectuar la reacción (Patente USA 2.676.190). De acuerdo con el procedimiento la producción a escala comercial de M-aldehído se lleva a cabo de manera que un líquido de reacción es reciclado utilizando un largo reactor tubular y un líquido mixto de metilmercaptano y catalizador y acroleína en la forma de un líquido son introducidos separada y divisionalmente bajo presión por una ó más aberturas a lo largo de dicho paso de reciclado, haciendo reaccionar de esta manera a los materiales de partida bajo presión. En el procedimiento, el calor de reacción generado es eliminado acoplado una envolvente al tubo de reacción y enfriando el tubo con agua. Sin embargo, con el fin de eliminar eficazmente el calor de reacción, es necesario hacer más delgado el tubo de re-



5 ción, y hacer mayor la cantidad del líquido reciclado. Así, el procedimiento no solo tiene desventajas de funcionamiento y económicas tales como el hecho de que la energía requerida para el reciclado es grande sino, que también adolece de una desventaja tal como el hecho de que el interior del tubo de reacción es susceptible de ser obstruido por los polímeros formados.

10 Tal como se ha mencionado anteriormente, en cualquier procedimiento convencional para la preparación de M-aldehido, el control de la temperatura de reacción se efectúa solo por medios físicos. Por lo tanto, el control no ha sido satisfactorio, y el rendimiento de M-aldehido ha sido ordinariamente de 92 a 95%, y no mayor de aproximadamente 98%, incluso cuando se utiliza metilmercaptano en gran exceso.

15 Además, en los procedimientos continuos comerciales la reacción se ha efectuado bajo presión, tal como se menciona anteriormente mientras que, en dicho procedimiento discontinuo la reacción, se ha efectuado a la presión atmosférica. Esto es probablemente debido al hecho de que el metilmercaptano tiene un punto de ebullición tan bajo como 20 6°C, y por lo tanto es susceptible de adaptar la forma de gas, y la formación de una fase gas-líquido heterogénea en un tubo de reacción más delgado ha sido considerada desventajoso para el contacto íntimo de los reaccionantes, así como 25 para la eliminación eficaz del calor de reacción.

30 Como resultado del análisis de la reacción de síntesis de M-aldehido los presentes inventores han encontrado que cuando se adopta un procedimiento de reacción de dos etapas en el que metilmercaptano es hecho reaccionar en primer lugar con M-aldehido, y después el producto de reacción

339752



es hecho reaccionar con acroleína, el calor generado en la formación de M-aldehído puede ser dividido en 9 y 5 kcal/mol con lo cual se puede controlar la temperatura de reacción por simples medios de refrigeración y se puede sintetizar M-aldehído con alto rendimiento. Los presentes inventores han encontrado además el hecho de que, de acuerdo con el procedimiento anterior, la reacción se puede efectuar de manera ventajosa a la presión atmosférica.

Un objeto del presente invento es el de producir M-aldehído con alto rendimiento, controlando eficazmente la temperatura de reacción.

Otro objeto consiste en producir M-aldehído con ventajas de funcionamiento.

El presente invento crea un procedimiento para producir M-aldehído a partir de acroleína y metilmercaptano, caracterizado porque el metilmercaptano es puesto en contacto en primer lugar con M-aldehído y, después que se ha completado sustancialmente la generación de calor, el producto de reacción resultante es puesto en contacto con acroleína.

Para practicar el presente invento, metilmercaptano es puesto en contacto y hecho reaccionar en primer lugar con M-aldehído. En este caso, se considera que se pueden formar probablemente el hemitioacetal o el tioacetal. La cantidad de calor generado en este caso es aproximadamente $2/3$ de la cantidad de calor del caso en que metilmercaptano es hecho reaccionar directamente con acroleína, y por lo tanto resulta más fácil la operación de refrigeración.

En la reacción en esta etapa, no se requiere particularmente catalizador, pero ya que se requiere que los dos materiales sean puestos en contacto íntimo, el contacto se

339752



efectúa ordinariamente en un depósito de mezcla.

5 El M-aldehído es una sustancia de alto punto de ebullición y por lo tanto es añadida en la forma de un líquido al depósito de mezcla, pero se puede añadir metilmercaptano en la forma de un líquido o un gas, Se desea que el metilmercaptano esté dispersado favorablemente en M-aldehído y que el calor generado sea eliminado por un procedimiento eficaz. Cuando se añade metilmercaptano en forma de líquido una parte del metilmercaptano se evapora, y por lo tanto se puede dispersar la generación local de calor. Sin embargo, parece que el metilmercaptano es añadido deseablemente en la forma de un gas, ya que es dispersado fácilmente por la acción de agitación de sus burbujas. Desde luego, la adopción de agitación mecánica es marcadamente eficaz. Como medio de refrigeración, se puede acoplar directamente a los recipientes una envolvente o un serpentín de refrigeración. Alternativamente, se puede adoptar un procedimiento de refrigeración en el cual se coloca en el exterior un cambiador de calor, y el líquido de reacción es reciclado pasando a su través.

20 En el caso de contacto anterior, se requiere que el metilmercaptano sea hecho reaccionar lo más posible con M-aldehído. Por lo tanto, se utiliza M-aldehído en una cantidad de al menos 1 mol por mol de metilmercaptano. En el caso de que sea mayor la cantidad de M-aldehído empleado, el control de la temperatura resulta más fácil debido a la acción diluyente de M-aldehído. Sin embargo, si la cantidad es excesivamente grande, se originan desventajas de funcionamiento. Ordinariamente, se utilizan 1,5-200 moles, preferiblemente 10-100 moles, de M-aldehído por mol de metilmer-

339752



captano.

La temperatura en dicha etapa de contacto es de 10 a 90°C, preferiblemente de 40 a 80°C. En el caso de que el contacto se efectúe a una temperatura menor de 10°C., se requieren medios de refrigeración para enfriar el sistema. Y en el caso de que el contacto se lleve a cabo a una temperatura mayor de 90°C., el metilmercaptano puede disolverse solo en una pequeña cantidad y el M-aldehído es desnaturalizado o degradado indeseablemente por el calor.

Convenientemente, el contacto se puede efectuar particularmente a la presión atmosférica, aunque también se puede realizar bajo presión. De acuerdo con el presente procedimiento, el metilmercaptano es disuelto y hecho reaccionar con M-aldehído líquido (punto de ebullición aproximadamente 150°C., a 760 mm de Hg). Por lo tanto no solo resulta baja la presión parcial de metilmercaptano sobre el líquido de reacción sino que también es pequeña la cantidad de calor generado en el caso anterior y es fácilmente eliminable, con el resultado de que no se requiere utilizar reactor tubular, y la reacción se puede efectuar satisfactoriamente a la presión atmosférica.

En los dibujos anejos, la figura 1 muestra la presión parcial de metilmercaptano sobre el líquido de reacción de M-aldehído y metilmercaptano. En la figura 1, la curva (1) muestra la relación entre la concentración de metilmercaptano (que ha reaccionado) en el líquido de reacción de M-aldehído y metilmercaptano, y la temperatura de dicho líquido cuando la presión parcial de metilmercaptano es de 200 mm. de Hg, y la curva (2) muestra dicha relación cuando dicha presión parcial es sustancialmente de 0 mm de Hg.

339752



La curva (2) puede ser representada aproximadamente por la ecuación,

$$X = -5,28 \times 10^{-5} t^2 + 1,25 \times 10^3 t + 0,385 \dots (1)$$

que X es la fracción molar de metilmercaptano en el líquido de reacción de M-aldehído y metilmercaptano,

$$X = \frac{\text{Moles de metilmercaptano cargados en M-aldehído}}{\text{Moles totales de M-aldehído y metilmercaptano cargados en M-aldehído}} \text{ y } t \text{ es la temperatura (en } ^\circ\text{C)} \text{ del líquido de reacción de M-aldehído y metilmercaptano.}$$

En la figura 1, en la zona situada por debajo de la curva (2), la presión parcial de metilmercaptano sobre el líquido de reacción de M-aldehído y metilmercaptano resulta ser sustancialmente de 0 mm. de Hg, y la reacción se puede efectuar en un sistema abierto a la presión atmosférica.

El contacto de metilmercaptano y M-aldehído se efectúa hasta que se haya completado sustancialmente la generación de calor de la reacción en esta etapa, con el fin de que una parte del calor de formación del M-aldehído sea descargada previamente de manera separada. Para esto, es necesario poner en contacto a ambos ordinariamente durante 0,1 a 60 minutos, preferiblemente durante 5 a 30 minutos.

Subsiguientemente, el producto de reacción de metilmercaptano y M-aldehído, así obtenido, es puesto en contacto con acroleína en presencia de un catalizador. Se considera que en esta etapa el hemitioacetal o tioacetal previamente formado reacciona con acroleína para formar M-aldehído. En esta etapa de contacto, se genera calor en una cantidad marcadamente pequeña tal como aproximadamente 5 Kcal/-

339752



mol, y el metilmercaptano está en un estado diluido con M-aldehído, de manera que es más fácil inhibir el aumento local de temperatura. Esto es muy conveniente, a causa de que la acroleína es particularmente polimerizable, y el aumento de la temperatura de reacción en dicha etapa de contacto deberá ser inhibido lo más posible. En esta etapa de contacto, la acroleína puede ser añadida directamente a dicho líquido de producto de reacción con refrigeración, o dicho líquido de reacción y acroleína pueden ser alimentados de manera continua en otro recipiente con agitación y enfriamiento. Alternativamente, ambos pueden ser cargados en un reactor tubular y pueden ser puestos en contacto uno con otro con refrigeración exterior. El control de la temperatura de reacción en el momento del contacto se puede efectuar de manera tal que los líquidos alimentados sean enfriados previamente y después sean mezclados y hechos reaccionar uno con otro para mantener por debajo de un cierto nivel el aumento de temperatura. Cuando una parte del M-aldehído, obtenido mediante los procedimientos anteriores, es reciclado a la zona de contacto de la primera etapa, es posible practicar el presente invento de una manera continua

El catalizador que se ha de utilizar en la segunda etapa de reacción incluye catalizadores convencionales tales como metilmercaptano de mercurio, acetato cúprico, peróxidos orgánicos, bases orgánicas, mezclas de bases orgánicas y ácidos orgánicos, y resinas de intercambio de iones. El catalizador y la acroleína pueden ser alimentados conjuntamente o separadamente. Ordinariamente, la acroleína se utiliza en una cantidad aproximadamente igual al equivalente de metilmercaptano, pero se puede utilizar en una canti-

339752



dad algo menor o mayor que la equivalente. En el caso de que se utilice acroleina en una cantidad menor que la equivalente, el metilmercaptano se desplaza hacia el M-aldehído y cuando la mezcla es reciclada, es posible impedir la incorporación de acroleina en la zona de contacto de la primera etapa, con el resultado de que se puede evitar convenientemente la generación de calor debida a la reacción directa de metilmercaptano con acroleina. Por otra parte, en el caso en que se utiliza acroleina en algún exceso, el metilmercaptano no es incorporado sustancialmente en el M-aldehído como material que no ha reaccionado. Ya que una pequeña cantidad de metilmercaptano incorporado en el M-aldehído es difícilmente separable, es marcadamente ventajosa la utilización de algún exceso de acroleina cuando se toma en consideración la purificación. Caso de que la cantidad en exceso de acroleina sea demasiado grande en el caso de que el procedimiento se lleve a cabo de manera continua, la cantidad de acroleina que no ha reaccionado, introducida en la zona de contacto de la primera etapa resulta mayor que la que reacciona directamente con metilmercaptano para realizar el caldeo local del sistema de reacción. Por lo tanto, la cantidad en exceso es preferiblemente de 0,5 a 20 moles%.

Las condiciones de reacción que se han de adoptar en la segunda etapa son sustancialmente iguales que las de la primera etapa. Es decir, la reacción se efectúa a la presión atmosférica, o bajo presión, a 10-100°C, preferiblemente a 30-70°C. La reacción se lleva a cabo hasta que se haya completado sustancialmente la formación de M-aldehído. El tiempo de contacto es de 1-180 minutos, preferiblemente

339752



de 1-60 minutos.

El M-aldehído deseado es recuperado recogiendo el líquido de reacción resultante y sometiendo a rectificación ordinaria.

5 De acuerdo con el presente procedimiento, efectuado de la manera anterior, se puede controlar fácilmente la temperatura de reacción y no se produce sustancialmente ningún aumento local de temperatura, con el resultado de que se puede obtener el producto deseado en un rendimiento tan
10 alto como 99% ó más.

Un ejemplo del aparato de reacción que se ha de emplear en el presente invento será ilustrado seguidamente con referencia a la figura 2. En la figura 2, se inyecta metilmercaptano en la forma de un gas a través de la tobera
15 9 dentro de m!aldehído en el depósito 1. El depósito 1 está provisto en la parte superior con la columna rellena 2, para completar la absorción de metilmercaptano, y la parte superior de la columna rellena 2 está en comunicación abierta con el aire mediante el conducto 12. El líquido de reac-
20 ción es reciclado desde la parte inferior del depósito 1 hacia la columna rellena 2 pasando por el conducto 8, la bomba 7, el conducto 5, la tubería del cambiador de calor 4 y el conducto 3. Una parte del líquido de reacción procedente del depósito 1 es retirada por la tubería 6 en el la-
25 do de descarga de la bomba para confirmar que no se ha producido generación de calor. Se suministra agua de refrigeración a través del conducto 13 en el exterior de la tubería del cambiador de calor 4, y es retirada por el conducto 14 para eliminar el calor de reacción. Acroleína y un cata-
30 lizador son alimentados, respectivamente, por los conductos

339752



11 y 10, y una parte del líquido de reacción es retirada por el conducto 15 para mantener en un nivel definido la superficie de líquido del depósito 1. La reacción de M-aldehido con metilmercaptano se efectúa en el depósito 1 y la columna rellena 2, y el calor allí generado es eliminado por medio del cambiador de calor 4. La reacción de acroleína con el líquido de reacción de metilmercaptano y M-aldehido se efectúa en el conducto 3.

Así de acuerdo con el presente invento, se puede controlar fácilmente la temperatura de reacción y se puede producir M-aldehido con alto rendimiento y alta pureza. También la reacción se puede llevar a cabo a la presión atmosférica con alto grado de conversión y se puede preparar convenientemente a esacala comercial el M-aldehido.

Los ejemplos siguientes ilustran el presente invento.

Ejemplo 1. Un matraz de un litro con cuatro bocas estaba provisto con un agitador, una abertura de alimentación de líquido (para M-aldehido), una abertura para inyección de gas (para metilmercaptano), un termómetro y una tubería abierta al aire. En el matraz se cargaron 388 g. de M-aldehido (pureza 99,5% en peso). Todo el cuerpo del matraz fué sumergido en agua helada a 0°C, y se inyectaron 96,5 g. de metilmercaptano con una pureza de 99,5% en peso, en la forma de un gas en el M-aldehido con agitación, y se mantuvo a 30°C la temperatura en el matraz. Cuando se inició la inyección de metilmercaptano, la temperatura aumentó para iniciar la reacción. No se descargó al aire ninguna cantidad de gas metilmercaptano. Después de terminarse la inyección, se elevó hasta 30°C en aproximadamente 15 minutos la temperatura del agua de refrigeración, y se mantuvo a 30°C el interior del matraz.

339752



El líquido formado fué mezclado a fondo con 1,7 g de un catalizador (25% en peso de piridina más 75% en peso de ácido acético), y despues se añadieron a la mezcla 120, 0 g de acroleina (pureza 96,3% en peso). Durante este tiempo, se mantuvo por debajo de 40°C el interior del matraz, utilizando agua de refrigeración. Con la anterior reacción, se obtuvieron 606 g de un líquido transparente incoloro. El análisis del líquido así obtenido mostró que el aumento de la cantidad de M-aldehído correspondía a 206 g y el rendimiento era de 99,1%, basado en metilmercaptano. En contraste con esto, en el caso en que el metilmercaptano era hecho reaccionar directamente con acroleina mientras se enfriaba el sistema con agua helada a 0°C, el rendimiento de M-aldehído era de 92%.

El análisis de M-aldehído en el producto líquido se efectuó por cromatografía gaseosa.

Ejemplo 2. Un matraz de 1 litro con cuatro bocas estaba provisto con un agitador, un condensador de reflujo, un termómetro, una abertura de alimentación de líquido (para M-aldehído) y una tobera de inyección de gas (para metilmercaptano). Con el fondo del matraz se conectó una tubería para retirar un líquido de reacción por rebose. Un segundo matraz de cuatro bocas estaba provisto con un agitador, un termómetro, tres aberturas de alimentación de líquido (para un líquido procedente del primer matraz, para acroleina y para un catalizador, respectivamente) y un condensador de flujo. Con el fondo del segundo matraz se conectó una tubería para la retirada de un producto líquido por rebose, y una tubería para la retirada del líquido que había de ser reciclado al primer matraz. Los dos matraces fueron sumergidos individualmente en depósitos separados segu-

339752



5 lados termostáticamente, y fueron conectados con una tubería de manera que un líquido pudiera ser retirado del fondo del segundo matraz y alimentado con una bomba al primer matraz. Se cargaron 359 g de M-aldehído en cada uno de los matraces primero y segundo. En el primer matraz, se incluyeron 294,4 g/hora de gas metilmercaptano con una pureza de 99,5% (en volumen), y en el segundo matraz se inyectaron de manera continua 400 g/hora de acroleína con una pureza de 95,7% en peso y 7,2 g/hora de un catalizador (25% en peso de piridina más 75% en peso de ácido acético). Una parte del líquido de reacción del primer matraz fué retirada por la tubería antes de introducir el líquido en el segundo matraz, para encontrar que no había aparecido ninguna generación sustancial de calor. La temperatura de cada matraz fué mantenida en 50±2°C., controlando la temperatura de cada de cada depósito regulado termostáticamente. Después de continuar la reacción durante aproximadamente 4 horas, se retiró el producto líquido en una cantidad correspondiente a la cantidad formada en un periodo de 30 minutos, para obtener 348 g de un líquido transparente incoloro. El producto líquido fué analizado de la misma manera que en el ejemplo 1, para encontrar que la cantidad de M-aldehído en el líquido era de 99,4, en peso y que el rendimiento del mismo era de 90,2%, basado en metilmercaptano. Además, el balance de material (cantidad de producto/cantidad de material alimentado) era sustancialmente de 100%, y el metilmercaptano y la acroleína habían sido apenas descargados, a pesar del hecho de que el sistema de reacción había sido abierto al aire.

30 Ejemplo 3. Se preparó un aparato de reacción similar al mostrado en la figura 2, que tenía un volumen interior



total de aproximadamente 10 litros. En el aparato de reacción se cargaron aproximadamente 4 litros de M-aldehído para llenar una parte del depósito 1, la bomba 7, el cambiador de calor 4 y la porción de tubería, y la bomba 7 fué puesta en movimiento para reciclar el líquido. La cantidad del líquido reciclado fué hecha aproximadamente 20 veces la cantidad de producto líquido. Subsiguientemente, se alimentaron respectivamente, por los conductos 9, 10 y 11, gas metilmercaptano (pureza: 99,5% en volumen), un catalizador (25% en peso de piridina más 75% en peso de ácido acético) y acroleína (pureza: 96,0% en peso) en las cantidades mostradas en la tabla 1. Una parte del líquido de reacción procedente del depósito 1 fué retirada por la tubería lateral 6 para encontrar que se había completado la generación de calor. el producto de reacción fué retirado por el conducto 15, para mantener en un nivel definido la superficie del líquido del depósito. El agua de refrigeración fué hecha pasar al cambiador de calor para mantener constante la temperatura de reacción. La temperatura de reacción era de aproximadamente 52°C en el depósito 1 y de aproximadamente 50°C en el conducto 3. Después de continuar la reacción durante 8 horas, se tomó una muestra en una cantidad correspondiente a la cantidad formada en un período de 15 minutos, y fué sometida a cálculo de balance de material y a análisis de M-aldehído. El método de análisis era el mismo que en el ejemplo 1.

Las reacciones de los experimentos núms. 1 a 3 se efectuaron utilizando la columna rellena 2, y la reacción del experimento nº 4 se efectuó utilizando una columna vacía.

T A B L A 1

359752

TABLA I

Experi- mento N°	Acroleina (A) (g./h.)	Metil mercaptano (B) (g./hr.)	Catalizador (g./h.)	Propor- ción mo- lar de A/B	Tempe- ratura del de- pósito	Canti- dad pro- ducto liquido (g./15.min.)	Cocentra- ción de M-aldehido en el pro- ducto liqui- do %	Balan- ce de mate- rial %	Ren- dimien- to.
1	2190	1820	40	0,995	50	1008	95,9	99,7	99,0
2	2200	1800	40	1,011	50	1005	95,8	99,5	99,2
3	1100	900	20	1,011	80	500	95,0	99,0	96,9
4	2200	1800	40	1,011	50	1000	95,6	99,0	97,5

El rendimiento del experimento n° 1 está basado sobre acroleina y los rendimientos de los experimentos

2a 4 sobre metilmercaptano.



339752



La presente solicitud que corresponde a la presentada en Japón con fecha de 25 de abril de 1.966, bajo el N° 26498/66, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre la Propiedad Industrial.

5

N O T A

10 1.- Un procedimiento para producir beta-metilmercaptopropionaldehído a partir de acroleína y metilmercaptano, caracterizado porque se pone en contacto metilmercaptano con beta-metilmercaptopropionaldehído, y despues que se ha completado sustancialmente la generación de calor, el producto de reacción resultante es puesto en contacto con acroleína.

15 2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual metilmercaptano y beta-metilmercaptopropionaldehído son puestos en contacto a la presión atmosférica.

20 3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en que metilmercaptano y beta-metilmercaptopropionaldehído son puestos en contacto a 10-90°C.

25 4.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la cantidad de beta-metilmercaptopropionaldehído que ha de ser puesta en contacto, es de 1,5 a 200 moles por mol de metilmercaptano.

30 5.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en que el producto de reacción de metilmercaptano y beta-metilmercaptopropionaldehído y la acroleína son puestos en contacto a 10-100°C

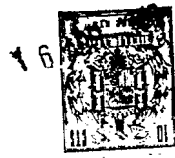


5 6.- Un procedimiento para producir beta-metilmercaptopropionaldehído, a partir de acroleína y metilmercaptano, que comprende conectar con fines de reciclado una zona para el contacto de metilmercaptano con betametilmercaptopropionaldehído y una zona para el contacto del producto de reacción formado en dicha zona con acroleína, reciclar beta-metilmercaptopropionaldehído al sistema de reciclado así formado, poner en contacto metilmercaptano con el beta-metilmercaptanopropionaldehído en dicha zona de contacto para el mismo, hasta que se completa sustancialmente la generación de calor, enfriar el producto de reacción resultante, poner en contacto el producto de reacción con acroleína en dicha zona de contacto para el mismo, hasta que se completa sustancialmente la formación de beta-metilmercaptopropionaldehído, retirar del sistema beta-metilmercaptopropionaldehído en una cantidad correspondiente a la cantidad producida, poner en contacto el beta-metilmercaptopropionaldehído remanente con metilmercaptano que escapa en la forma de gas de dicha zona para el contacto de metilmercaptano con beta-metilmercaptopropionaldehído, para absorber de esta manera el metilmercaptano, y reciclarlo a dicha zona para el contacto de metilmercaptano con beta-metilmercaptopropionaldehído, en que todos los contactos se efectúan a la presión atmosférica.

25 7.- Un procedimiento para producir beta-metilmercaptopropionaldehído.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

339752



La presente Memoria consta de diecinueve hojas
escritas a máquina por una sola de sus caras.

16 ABR. 1968

Madrid,

P. A.

Alberto de Ezpeleta
de Ezpeleta

339752

339752

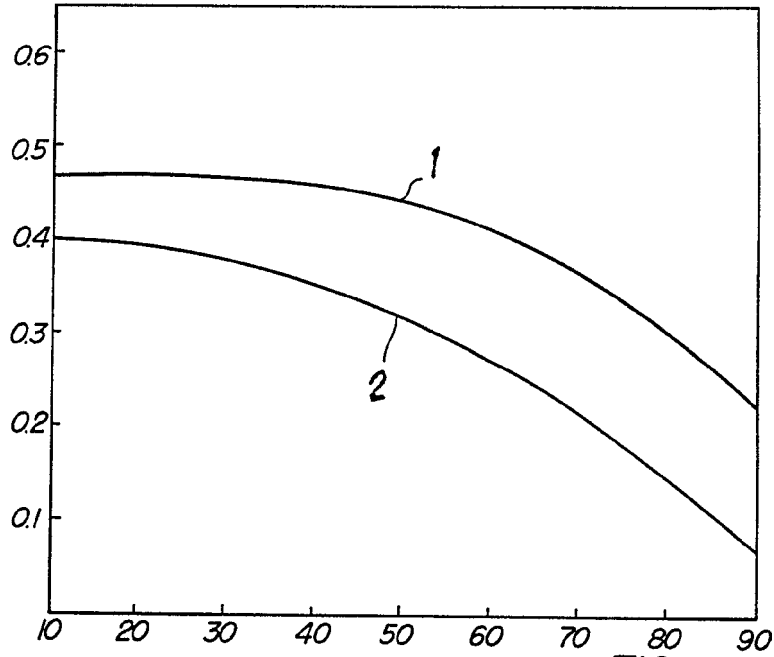


FIG. 1

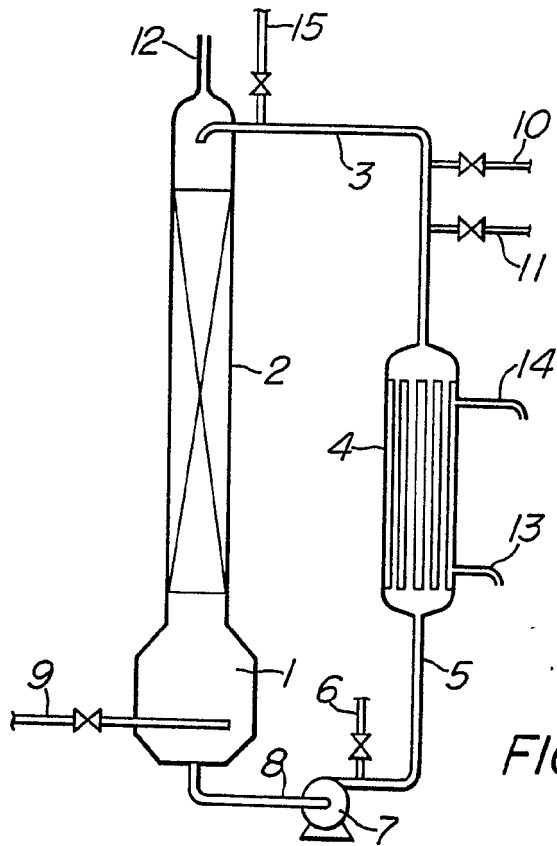


FIG. 2

Arata