



325061

- 2 ABR. 1903

P.-31.607

Pos VGF 1243 Span

- 2 ABR. 1903

325061

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN AG., entidad alemana establecida en Glanzstoffhaus, Wuppertal-Elberfeld, República Federal Alemana, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DISULFURO DE CARBONO A PARTIR DE TRITIANO"

=====

En algunos procedimientos para la fabricación de rayon, se utilizan baños de hilatura que, junto con el ácido sulfúrico, sulfato sódico y eventualmente otras sales, contienen formaldehído. Durante el proceso de hilatura se forma en el baño tritiano, el tioformaldehído cíclico trí-

5        forma en el baño tritiano, el tioformaldehído cíclico trí-

      mero. Este precipita en forma sólida desde el baño de hilatura y puede ser separado por filtración. Para el fabricante de rayon el tritiano es inservible y debe ser deshechado, lo cual, con las grandes cantidades con las que se forma el

10        producto, significa una considerable carga económica. Por



ello sería muy deseable hacer reaccionar el tritiano para obtener un compuesto que pueda ser utilizado en la fabricación de rayón.

5 Se ha encontrado que a partir de tritiano se puede obtener disulfuro de carbono si se pone en reacción el tritiano con azufre fundido a temperaturas de 180 a 250°C, preferiblemente de 220 a 230°C, se separa la mezcla resultante de disulfuro de carbono y sulfuro de hidrógeno y se purifica el disulfuro de carbono.

10 La reacción se puede llevar a cabo por ejemplo en aparatos cerrados bajo la presión elevada que se establece a las citadas temperaturas de reacción.

De forma especialmente ventajosa, el procedimiento se puede llevar a cabo de forma continua a la presión normal, si se incorpora el tritiano continuamente en un recipiente de reacción, con el que está conectada en serie una instalación de lavado con gas, por ejemplo una torre de rociado, un lavador con platos o similares. La mezcla de tritiano y azufre calentada de 180 a 250°C en este recipiente de reacción es hecha reaccionar parcialmente para obtener disulfuro de carbono y sulfuro de hidrógeno, y estos productos de reacción se separan por destilación sobre la instalación de lavado con gas y arrastran en este caso tritiano sublimado. En contracorriente con los componentes volátiles se conduce azufre fundido de manera que en la instalación de lavado con gas prácticamente todo el tritiano es hecho reaccionar para obtener disulfuro de carbono y sulfuro de hidrógeno.

15  
20  
25

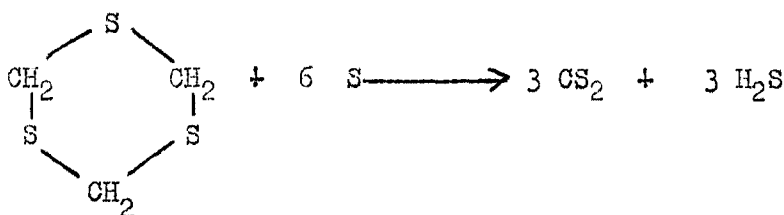
30 Tanto en la utilización de un autoclave como en instalaciones que trabajan de forma continua (un sólo paso)



resulta el disulfuro de carbono en rendimientos de aproximadamente el 90% de la teoría.

Hay que suponer que la reacción transcurre de acuerdo con la ecuación

5



10 Para hacer todavía más económico el procedimiento se puede oxidar de manera de por sí conocida el sulfuro de hidrógeno resultante como subproducto y se puede emplear el azufre formado en esta reacción para la reacción con tritiano según el invento.

15 Cuando se emplea azufre en exceso -tal como es conveniente para el aceleramiento de la reacción- se puede utilizar también de nuevo el azufre no consumido.

20 Una ventaja especial del procedimiento hay que verla, junto con el alto rendimiento en disulfuro de carbono, en que la reacción se puede llevar a cabo a temperaturas relativamente bajas y que las impurezas del tritiano que proceden del baño de hilatura no tienen ninguna influencia sobre la reacción ni el rendimiento.

El invento es explicado en detalle por medio de ejemplos.

25

1) 100 g de tritiano y 200 g de azufre son calentados a 230°C en un autoclave de Glys de 1 litro. Después del comienzo de la reacción la presión se eleva por las cantidades resultantes de disulfuro de carbono y de sulfuro de

325061

hidrógeno hasta aproximadamente 10 atmósferas manométricas. Se mantiene esta presión por lenta expansión de la mezcla formada de disulfuro de carbono y de sulfuro de hidrógeno hasta la finalización de la reacción y se desgasifica entonces el autoclave por medio de nitrógeno. Mientras tanto es expandida la mezcla gaseosa en un recipiente refrigerado. Después de una única destilación fraccionada resultan 148,5 g de disulfuro de carbono lo que corresponde a un rendimiento del 90% de la teoría. El sulfuro de hidrógeno recogido como subproducto es oxidado para obtener azufre. Se obtienen 62,5 g de azufre que pueden ser empleados en la siguiente carga para la reacción con tritiano.

2) Una mezcla finamente pulverizada de 1 parte en peso de tritiano y 1,4 partes en peso de azufre es dosificada continuamente por medio de un transportador de tornillo sin fin en un reactor esmaltado calentado a 230°C, de 5 litros de capacidad, que está provisto de una columna de rociado rellena con anillos Raschig también calentada a 230°C. En este reactor se encuentra azufre fundido, una parte del cual es retirada continuamente por el fondo y por medio de una bomba es enviada a través de un filtro a la cabeza de la columna. La mezcla resultante gaseosa de sulfuro de hidrógeno y disulfuro de carbono es retirada por la cabeza de la columna, es conducida a través de un separador de azufre y es separada según métodos conocidos. Resulta 94,5% de disulfuro de carbono de la teoría. El sulfuro de hidrógeno es oxidado para obtener azufre y es empleado de nuevo.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana el 23 de Abril de 1.965, con el número V 28.310 IV/12i, se acoge a los beneficios del

325061

- 2



artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10 1.- Un procedimiento para la obtención de disulfuro de carbono a partir de tritiano, caracterizado porque se pone en reacción al tritiano a temperaturas de 180-250°C con azufre fundido, se separa la mezcla resultante de disulfuro de carbono y sulfuro de hidrógeno y se purifica el disulfuro de carbono.

15 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1 caracterizado porque se lleva a cabo la reacción de tritiano con azufre a presión elevada.

20 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se lleva a cabo la reacción de tritiano con azufre en una fase continua de trabajo a la presión normal, conduciéndose en contracorriente con el azufre fundido tritiano en forma de vapor.

4.- Un procedimiento para la obtención de disulfuro de carbono a partir de tritiano.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

325061



- 2 ABR. 1960

Esta Memoria consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 2 ABR. 1960

P.A.

Alberto de Eizaburu  
For Poien  
*Alto*

JJV. M. M.