

349038

P - 37.051

Pos GW 1319

9 ENE. 1968

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION **por 20 años**

a nombre de GLANZSTOFF AG

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld, República Federal Alemana.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SULFURO DE DIMETILO" (Clase Internacional C07c).

2.1.68



El sulfuro de dimetilo puede ser preparado según diferentes procedimientos conocidos, entre los cuales se citará aquí solamente la reacción de sulfuro de potasio con cloruro de metilo y el calentamiento de aceite de mostaza metilado con ácido sulfúrico.

Como material de partida para la preparación según el invento de sulfuro de dimetilo, se utiliza tritiano. El tioformaldehído trímero cíclico, tritiano, se forma entre otras maneras en la hilatura de viscosa en baños de hilatura que contienen formaldehído.

Se ha encontrado ahora, que se obtiene sulfuro de dimetilo con buen rendimiento y en forma muy pura, si se calienta tritiano con metanol en una proporción en moles de 1: 4 a 1: 15, preferiblemente de 1:7 a 1:9, en presencia de ácidos fuertes o de catalizadores de Friedel-Crafts hasta temperaturas de 200 a 400°C, preferiblemente de 220 a 350°C.

Catalizadores especialmente apropiados son cloruro de hidrógeno, o ácido toluenosulfónico, eterato - trifluoruro de boro y tricloruro de aluminio. La cantidad de catalizador puede variar entre 0,05 y 10% en peso, referido al tritiano.

Se lleva a cabo el procedimiento convenientemente en un autoclave bajo presión elevada, y se separa por destilación el sulfuro de dimetilo resultante, eventualmente después de añadir algo de agua, directamente desde el autoclave. La presión no es crítica. En particular, se ajusta a la composición cuantitativa de los componentes de la reacción y a la temperatura utilizada.

El procedimiento de acuerdo con el invento es



9 E

especialmente conveniente, ya que permite la transformación del tritiano, que resulta en la producción de Rayón como subproducto prácticamente inutilizable, en sulfuro de dimetilo con rendimientos casi cuantitativos. El sulfuro de dimetilo puede ser transformado, según procedimientos conocidos y de manera sencilla, en sulfóxido de dimetilo, que a su vez es un valioso disolvente.

El procedimiento es explicado en sus particularidades mediante ejemplos.

10 Ejemplo 1.- En un autoclave de 100 ml se introducen 20 g de tritiano y aproximadamente 50 ml. de metanol (proporción en moles 1: 8), se añaden 2 g de $AlCl_3$ anhidro y se calienta hasta 230-240°C. Después de 3 horas, se ha establecido una presión de aproximadamente 200 atmósferas manométricas. Se enfría hasta 100°C y se expande o reduce la presión del contenido del autoclave en un colector enfriado. El análisis por cromatografía gaseosa del producto de reacción obtenido de esta manera muestra un rendimiento de 99% de la teoría de sulfuro de dimetilo, referido al tritiano empleado.

20 De acuerdo con el Ejemplo 1, el procedimiento se lleva a cabo utilizando diversos ácidos o catalizadores de Friedel-Crafts, y manteniendo las condiciones de reacción seguidamente citadas.



9 EN

TABLA

| Ejemplo | Proporción en moles de fritig no: metanol | Catalizador | Cantidad (g) | Temperatura (° C) | Presión (atmósferas manométricas) | Tiempo de reacción (Horas) | Rendimiento (% de la teoría) |
|---------|---|----------------------------|--------------|-------------------|-----------------------------------|----------------------------|------------------------------|
| 2 | 1: 8 | HCl-Gaseoso | 2 | 230-240 | 190 | 4 | 93 |
| 3 | 1: 8 | BF ₃ Eterato | 2 | 230-240 | 220 | 2 | 92 |
| 4 | 1: 8 | ácido p-tolueno sulfónico. | 2 | 230-240 | 185 | 3 | 84 |
| 5 | 1: 8 | AlCl ₃ | 0,02 | 270 | 250 | 3 | 93 |
| 6 | 1: 8 | AlCl ₃ | 0,4 | 230-240 | 200 | 5 | 98 |
| 7 | 1: 15 | AlCl ₃ | 0,02 | 270 | 220 | 6 | 84 |

TABLA

| Ejemplo | Proporción en moles de tritiano: metanol | Catalizador | Cantidad (g) | Temperatura (°C) |
|---------|--|----------------------------|--------------|------------------|
| 2 | 1: 8 | HCl-Gaseoso | 2 | 230 |
| 3 | 1: 8 | BF ₃ Eterato | 2 | 230 |
| 4 | 1: 8 | ácido p-tolueno sulfónico. | 2 | 230 |
| 5 | 1: 8 | AlCl ₃ | 0,02 | 2 |
| 6 | 1: 8 | AlCl ₃ | 0,4 | 230 |
| 7 | 1: 15 | AlCl ₃ | 0,02 | 270 |

2.1.68

**POOR
QUALITY**

9 ENERO 1954

1

Temperatura (° C) Presión (atmósferas manométricas) Tiempo de reacción (Horas) Rendimiento (% de la teoría).

230-240 190 4 93

230-240 220 2 92

230-240 185 3 84

2

270 250 3 93

230-240 200 5 98

2

270 220 6 84

POOR QUALITY



5 Ejemplo 8.-En un autoclave de 100 ml se calientan 20 g. de tritiano con 50 ml de metanol y 0,1 g de AlCl_3 durante 14 horas hasta 230-240°C, estableciéndose una presión de 170 atmósferas manométricas. Se enfría el autoclave hasta 0°C, se expande o disminuye la presión residual de aproximadamente 20 atmósferas manométricas de forma cuidadosa y se somete al contenido remanente del autoclave después de añadir 100 ml de H_2O , a destilación fraccionada. Se obtienen 26 g. de destilado (punto de ebullición 36-37°C). Esto corresponde a un rendimiento de 96% de la teoría, referido al tritiano.

10 Ejemplo 9.- En un tubo bomba de 100 ml de contenido o de capacidad, se introducen 0,54 g de tritiano y 1,25 ml de metanol, así como 54 mg de AlCl_3 . Se calienta durante 3 horas hasta 350°C. Después de terminarse la reacción, el tubo es enfriado con hielo seco, y el producto de reacción es analizado por cromatografía gaseosa. El rendimiento de sulfuro de dimetilo es de 94% de la teoría referido al tritiano.

15 Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana el 2 de Marzo de 1967, N° G. 49.456 IVb/12 o se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20
25

N O T A

30

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:

5 1.- Procedimiento para la preparación de sulfuro de dimetilo, caracterizado porque se calienta tritiano con metanol en una proporción en moles de 1: 4 a 1:15, en presencia de ácidos fuertes o de catalizadores de Friedel-Crafts, hasta temperaturas de 200 a 400°C.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en presencia de 0,05 a 10% en peso de catalizador, referido al tritiano.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se lleva a cabo la reacción en un autoclave bajo presión elevada, y se separa por destilación el sulfuro de dimetilo resultante, directamente desde el autoclave.

4.-Procedimiento para la preparación de sulfuro de dimetilo.

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

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

Madrid,

P. A.

9 ENE. 1968

Alberto de Elzabur
P. A.