

P. - 39.333

Kie. GW 1352 Sp.

358338

Memoria descriptiva



30 SEP 1968

para solicitar PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA **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 DIME
TILO" (Clase Internacional CO7c)

24.9.68.

**POOR
QUALITY**

El sulfuro de dimetilo puede ser preparado según diferentes procedimientos conocidos, por ejemplo por reacción de sulfuro de potasio con cloruro de metilo o por calentamiento de aceite de mostaza de metilo con ácido sulfúrico. También se ha descrito ya la reacción de éter dimetílico con sulfuro de hidrógeno.

También es conocido, preparar sulfuro de dimetilo por reacción de tritiano con metanol en una proporción molar de 1:4 a 1:15 en presencia de ácidos fuertes o de catalizadores de Friedel-Crafts, eventualmente bajo presión elevada, a temperaturas desde 200 a 400°C. Mediante este procedimiento se alcanzan indudablemente sobresalientes rendimientos. Sin embargo, como en la utilización de sustancias tales como cloruro de hidrógeno en calidad de catalizador la mezcla de reacción, especialmente a temperaturas elevadas y presiones elevadas, actúa de forma muy fuertemente corrosiva, se deben utilizar aparatos a base de material especialmente resistente a la corrosión. Además de ello, el agua que se libera durante la reacción reduce gradualmente la actividad del catalizador. Así, catalizadores tales como tricloruro de aluminio y eterato de trifluoruro de boro, son descompuestos en medida creciente por el agua. Otros catalizadores tales como ácidos fuertes son diluídos en medida creciente por el agua. Esto puede conducir a dificultades sobre todo con el modo de trabajo continuo.

Se ha encontrado ahora que se puede preparar sulfuro de dimetilo por reacción de tritiano con un exceso de metanol aproximadamente a temperaturas de 200 a 400°C en presencia de catalizadores y eventualmente bajo presión

30
24.9.68.

30 SEP



5 elevada, de manera especialmente ventajosa, si se utilizan, en calidad de catalizadores, óxidos, isopoliácidos o heteropoliácidos o sales de amonio de heteropoliácidos de wolframio hexavalente o de molibdeno hexavalente, solos o en mezcla entre ellos.

10 En una forma de realización especial el catalizador se emplea sobre un soporte tal como óxido de aluminio o dióxido de silicio. Con el fin de alcanzar rendimientos favorables, el catalizador es utilizado en cantidades de 0,0001 a 0,01% en moles referido a la cantidad empleada de tritiano. Sin embargo, también se pueden tomar mayores cantidades de catalizador tales como por ejemplo 0,02% en moles. El soporte es recubierto preferiblemente con cantidades de catalizador que corresponden a 0,1 - 10% en peso de metal wolframio o molibdeno referido al soporte. 15 La reacción se realiza a temperaturas de aproximadamente 200 a 400°C y eventualmente bajo presión elevada. El margen preferido de temperaturas va desde 250 hasta 350°C. El procedimiento es especialmente apropiado para un modo de trabajo continuo. 20

25 Para la realización del procedimiento según el invento las sustancias de partida y el catalizador son cargados en un recipiente apropiado, por ejemplo en un autoclave y acto seguido son calentados durante algunas horas. Después de enfriar se reduce la presión, separándose o escapándose sobre todo dióxido de carbono. La mezcla de reacción puede ser mezclada acto seguido con una cantidad de agua aproximadamente desde igual a doble y puede ser fraccionada por destilación a presión normal. La fracción que pasa entre 30 y 60°C contiene prácticamente toda 30

24.9.68.



la cantidad de sulfuro de dimetilo y algo de metanol, que puede ser eliminado con facilidad por extracción por agitación con agua. En una segunda destilación, que también se realiza a presión normal, se obtiene entonces a 36-38°C sulfuro de dimetilo en forma muy pura.

En el modo de trabajo continuo la reacción puede realizarse por ejemplo en un serpentín tubular o en haces tubulares, que ya contienen el catalizador.

Según el procedimiento del invento se obtiene un producto muy puro. Los rendimientos son excelentes, ya que la reacción se desarrolla de manera prácticamente cuantitativa. Los catalizadores utilizados son muy insensibles y tienen una larga duración de trabajo. Por lo tanto, pueden ser utilizados repetidamente sin más en el trabajo discontinuo. A causa de la estabilidad de los catalizadores el procedimiento es especialmente apropiado para un modo de trabajo continuo.

Otra gran ventaja es que en el procedimiento según el invento, en lo que se refiere a la resistencia a la corrosión de los materiales de trabajo empleados para los recipientes de reacción, no se deben establecer exigencias tan altas como ocurre, por ejemplo, con la utilización de cloruro de hidrógeno en calidad de catalizador.

El sulfuro de dimetilo preparado de esta manera puede ser transformado ulteriormente por ejemplo en sulfóxido de dimetilo, que entre otras cosas ha encontrado importancia como disolvente.

El invento es explicado con más detalle mediante ejemplos:

30
24.9.68.



Ejemplo 1

1,4 kg. de tritiano, 3,5 l. de metanol y 140 g. de alúmina neutra, que está recubierta con óxido de wolframio hexavalente correspondiente a 10% en peso de wolframio, fueron calentados hasta 300°C en un autoclave de 10 l. y fueron mantenidos a esta temperatura durante 3 horas. Acto seguido se enfrió y se redujo la presión. A la mezcla de reacción se añadieron aproximadamente 5 l. de agua. La mezcla es fraccionada a presión normal. La fracción que pasa entre 30 y 60°C, que contiene prácticamente toda la cantidad de sulfuro de dimetilo y todavía aproximadamente 5% de metanol, es extraída por agitación con agua para la eliminación del metanol y es destilada nuevamente. Entre 36 y 38°C pasan 1,8 kg. = 95% de la teoría de sulfuro de dimetilo.

Ejemplos 2 y 3

Con una realización de la reacción tal como se describe en el ejemplo 1, se utilizaron otros compuestos en calidad de catalizador. Los resultados de ensayo están reunidos en la tabla:

24.9.68.

24.9.68.

T A B L A

Ejemplo nº	Catalizador	Cantidad de catalizador, % en moles	Tiempo de reacción	Rendimiento en %
2	MoO_3	0,01	3,5 horas	99,6
3	$(\text{NH}_4)_2\text{PO}_4(\text{MoO}_3)_2$	0,0075	5 horas	98



16 ENERO



5 La presente solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el 27 de Octubre de 1.967, bajo el número G 51455 IVb/120, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- REIVINDICACIONES -

15 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:

20 1.- Procedimiento para la preparación de sulfuro de dimetilo, caracterizado porque se hace reaccionar tritiano con un exceso de metanol a temperaturas de aproximadamente 200 a 400°C, eventualmente bajo presión elevada, en presencia de óxidos, isopoliácidos o heteropoliácidos o sales de amonio de heteropoliácidos del wolframio hexavalente o del molibdeno hexavalente, solos o mezclados entre sí, en calidad de catalizadores, y porque se
25 fracciona la mezcla de reacción obtenida, eventualmente después de añadir una cantidad doble a triple de agua, preferiblemente por destilación.

30 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador se utiliza sobre un



soporte tal como óxido de aluminio o dióxido de silicio.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones
1 a 2, caracterizado porque se utiliza el catalizador
en cantidades de 0,0001 a 0,01% en moles, referido a la
5 cantidad empleada de tritiano.

4.-Procedimiento según las reivindicaciones
1 a 3, caracterizado porque se realiza la reacción a tem-
peraturas de 250 a 350°C.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones
10 1 a 4, caracterizado porque se realiza la reacción de ma-
nera continua.

6.- Procedimiento para la preparación de sul-
furo de dimetilo.

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

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

Madrid,

P.A. 16 ENE. 1970

Alberto de Eizaburu
Por Eder

MGM/-

13.1.70