

359464

23



MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: E.I. DU PONT DE NEMOURS & COMPANY

Residencia: WILMINGTON, Delaware 19898, EE.UU.

Enunciado: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LA SAL DE DIAMONIO DE ACIDO ETILEN-BIS-DITIOCARBAMICO".

Prioridad: de la solicitud de patente estadounidense N° 709.173 del 29-2-68.

R/G.



1

RESUMEN DEL INVENTO

En resumen, este invento se refiere a mejoras en el procedimiento de preparación de la sal de diamonio del ácido etilen-bis-ditiocarbámico a partir de amoniaco, disulfuro de carbono y etilendiamina, consistiendo la mejora en hacer reaccionar de 1 a 3 % en exceso de disulfuro de carbono con etilendiamina, seguido de la adición de hidróxido amónico en exceso inferior al 5 % y preferiblemente inferior al 1 %.

5

10

Sorprendentemente, este procedimiento da mayores rendimientos de un producto amobam que, cuando se convierte en una sal de metal pesado como el etilen-bis-ditiocarbamato de manganeso, presenta una mayor estabilidad y mayor concentración en comparación con la de una sal del mismo metal pesado preparada a partir de amobam obtenido por los procedimientos de la técnica anterior.

15

DESCRIPCION DEL INVENTO

El procedimiento de este invento comprende las etapas de:

20

(a) hacer reaccionar de 1 a 3 % en exceso de disulfuro de carbono con una solución acuosa de etilendiamina y

(b) añadir a la mezcla de reacción hasta el 5 % de exceso de amoniaco.

25

Las condiciones generales del procedimiento reconó-



1 ciadas en la técnica para la preparación de amobam, tal co
no temperaturas de reacción, tiempos, agitación y enveje-
cimiento, son también adecuadas para el procedimiento de
este invento. Estas condiciones se encuentran, por ejemplo,
5 en las patentes estadounidenses 2.844.623 y 2.855.418 an-
tes mencionadas.

Más específicamente, las temperaturas de reacción
durante la reacción (a) se controlan normalmente enfriando
entre 30° y 60°C y preferiblemente alrededor de 40°C. En
10 general el disulfuro de carbono se emplea en cantidades li-
geramente en exceso de la cantidad estequiométrica calcu-
lada sobre la cantidad de etilendiamina empleada. Normal-
mente se emplea un exceso comprendido entre 1 y 3 % de di-
sulfuro de carbono. Esta reacción se lleva a cabo habitual-
15 mente empleando una solución acuosa de etilendiamina de for-
ma que se encuentre presente una cantidad importante de
agua.

La reacción (b) también se lleva a cabo con enfria-
miento, generalmente a una temperatura comprendida entre
20 30° y 60° C y preferiblemente alrededor de 40° o 45°C. El
amoniaco puede ser agregado en forma de solución acuosa o
en forma anhidra. El amoniaco se emplea en cantidades lige-
ramente en exceso sobre las estequiométricas, calculadas
sobre la cantidad de etilendiamina inicialmente cargada.
25 El exceso de amoniaco se mantiene por debajo del 5 % y pre



1 feriblemente no es superior al 1 %.

Una vez terminada la adición de amoniaco, la masa reaccionante se envejece durante un periodo de hasta varias horas a la temperatura de reacción, para asegurar
5 una reacción completa.

La solución resultante de amobam en agua se utilizará normalmente como tal para producir una sal de metal pesado de ácido etilen-bis-ditiocarbámico. Los métodos de producción de estas sales de metales pesados son conocidos
10 en la técnica y también están descritos en la patente estadounidense 2.855.418 antes citada. En pocas palabras, la reacción se lleva a cabo añadiendo una solución acuosa de una sal soluble en agua del metal pesado, tal como cloruro de cinc o sulfato de manganeso, a la solución de amobam y
15 recuperando la sal de metal pesado del ácido etilen-bis-ditiocarbámico que precipita.

Aunque no está clara la razón de que el procedimiento de este invento dé lugar a un producto mejorado, es evidente que el amobam preparado por adición del amoniaco en
20 último lugar y limitando cuidadosamente las cantidades de sustancias reaccionantes, es un producto mejorado. No solamente se obtiene con notables rendimientos, superiores al 99 % sobre la etilendiamina cargada, sino que cuando se convierte en una sal de metal pesado presenta mayor concentración y estabilidad que la sal de metal pesado preparada a
25

23 OC



1 partir de amobam obtenido en condiciones distintas a las
del procedimiento de este invento.

Este invento se comprenderá mejor mediante los si-
guientes ejemplos ilustrativos, en los que las partes y
5 porcentajes se dan en peso a menos que se indique lo con-
trario.

EJEMPLO 1

En un reactor provisto de cambiador externo de ca-
lor, agitador, condensador y un dispositivo de medida de
10 la temperatura, se cargan 303,4 partes de agua y 37 partes
de etilendiamina (99 %). Se añaden al reactor, con agita-
ción, 93,8 partes de disulfuro de carbono (1 % de exceso),
mientras se mantiene la temperatura de reacción a $40^{\circ}\pm 2^{\circ}\text{C}$.
Después de la adición del disulfuro de carbono, se añaden
15 a la masa de reacción 21 partes de amoniaco anhidro (1 % de
exceso). Durante la adición del amoniaco se agita el conte-
nido del reactor y la temperatura de reacción se mantiene a
 $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$.

Una vez terminada la adición de amoniaco, la masa de
20 reacción se envejece durante 2 horas a 40°C . Se analizan las
455,2 partes de masa de reacción y se observa que tiene un
peso específico de 1,117, un pH de 8,6, un contenido en H_2S
de 0,09 % y un contenido en amobam de 32,7 %. Esto corres-
ponde a un rendimiento del 99,6 %, calculado sobre la etilen
25 diamina cargada.



1 Repitiendo el Ejemplo 1 se obtiene una solución cuyo análisis da los siguientes resultados: peso específico = 1,123, pH = 8,1, H_2S = 0,10, amobam = 33,2 %, rendimiento = 99,4 %.

5 La solución producida en el Ejemplo 1 se emplea para preparar la sal de manganeso de ácido etilen-bis-ditiocarbámico diluyendo la solución de amobam con agua hasta el 11 % y agregando, con agitación, 437,8 partes de una solución acuosa al 23 % de sulfato de manganeso. El precipitado se filtra y se seca a vacío a 30-35°C para dar etilen-
10 bis-ditiocarbamato de manganeso cuyo análisis da los siguientes resultados: H_2O = 11,7 %, concentración = 87,8 %, rendimiento en peso = 93,9 %, concentración en estado anhidro, = 99,4 %, sales solubles en agua = 0,3 %, sustancias desconocidas = 0,2 % y estabilidad en mg de CS_2 desprendidos por gramo de producto mantenido a 90°C durante un período de 2 horas = 1,0.

15

20

25



1

REIVINDICACIONES

1. Mejoras introducidas en el procedimiento de preparación de la sal de diamonio de ácido etilen-bis-ditio-carbámico a partir de disulfuro de carbono, etilendiamina y amoniaco, consistiendo las mejoras en hacer reaccionar disulfuro de carbono con solución acuosa de etilendiamina seguido de la adición de amoniaco, empleándose el disulfuro de carbono en cantidades comprendidas entre 1 y 3 % de exceso y empleándose el amoniaco en cantidades comprendidas entre 0 y 5 % de exceso, ambas basadas en la cantidad estequiométrica de etilendiamina empleada.

2. Mejoras de acuerdo con la Reivindicación 1, en las que el amoniaco se emplea en cantidades que oscilan entre 0 y 1 % de exceso, calculado sobre la cantidad estequiométrica de etilendiamina utilizada.

3. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LA SAL DE DIAMONIO DE ACIDO ETILEN-BIS-DITIOCARBAMICO".

20

25



1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de nueve páginas me-
canografiadas.

5 Madrid, 23 octubre 1.968

BERNARDO UNGRIA

P.P.

10

15