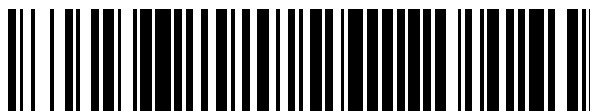


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 426 167**

51 Int. Cl.:

C07C 319/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.03.2004** **E 04724562 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.06.2013** **EP 1633705**

54 Título: **Oxidación de mercaptoetanol**

30 Prioridad:

23.05.2003 DE 10323839

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

21.10.2013

73 Titular/es:

**AKZO NOBEL N.V. (100.0%)
VELPERWEG 76
6824 BM ARNHEM, NL**

72 Inventor/es:

**ZEITLER, MICHAEL;
KOTTNER, NILS y
BERGFELD, MANFRED**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 426 167 T3

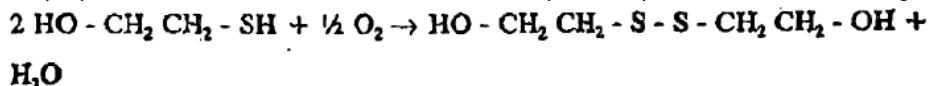
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Oxidación de mercaptoetanol

- 5 El invento se refiere a un procedimiento para la preparación de disulfuro de dihidroxietileno por reacción de mercaptoetanol con oxígeno o con unos gases que contienen oxígeno.

Esta preparación del disulfuro de dihidroxietileno se puede representar mediante la siguiente ecuación de reacción.



- 10 Las reacciones de oxidación de este tipo ya son conocidas desde hace mucho tiempo. Así, en el documento de patente de los EE.UU. US PS 3 978 137 se describe un procedimiento para la oxidación de un compuesto que contiene azufre, en cuyo caso este compuesto se hace reaccionar con un gas que contiene oxígeno en un medio, que tiene un valor del pH situado en el intervalo de 8 a 14. En este caso, se utiliza un sistema de catalizadores, que contiene unas ftalocianinas de metales del grupo VII B y unas ftalocianinas de metales del grupo VIII del sistema
- 15 periódico de los elementos químicos.

A partir de los ejemplos, se puede deducir que aquí se convierten químicamente unos sulfuros tales como sulfuro de sodio, sulfuro de amonio, o también un tiofenol y metilmercaptano.

- 20 En esta descripción se mencionan también, dentro de una larga enumeración, de un modo general unos mercaptanos con ciertos grupos funcionales adicionales tales como p.ej. mercaptoetanol y cisteína. Sin embargo, en este documento de patente no se encuentra ningunas instrucciones concretas para la preparación de disulfuro de dihidroxietileno a partir de mercaptoetanol.

- 25 Si se llevan a cabo unos ensayos para la preparación de disulfuro de dihidroxietileno mediante una oxidación de mercaptoetanol de acuerdo con el procedimiento descrito en este documento de patente de los EE.UU., entonces por una parte son necesarios unos períodos de tiempo de reacción muy largos y, por otra parte, los rendimientos de disulfuro de dihidroxietileno son muy escasos.

- 30 Además de esto, debido a las reacciones secundarias (una oxidación excesiva) resulta un producto no uniforme, que tiene que ser purificado de un modo costoso. También, el sistema utilizado de catalizadores es muy complicado, costoso, y difícil de preparar y separar.

- También el procedimiento descrito en el documento US-PS 4 090 954 para la oxidación de mercaptanos trabaja con unos catalizadores especiales, muy complicados, a saber unos compuestos complejos con metales, constituidos sobre la base de la porfirina, y es poco adecuado para la preparación de disulfuro de dihidroxietileno. Como metal
- 35 complejo pueden actuar los metales más diversos; sin embargo, no se mencionan como catalizador unas sales metálicas sencillas. Además, en este documento de patente no se menciona explícitamente la oxidación de mercaptoetanol para formar disulfuro de dihidroxietileno.

- 40 En el documento US-PS 4 258 212 se describe un procedimiento para la oxidación de 2-mercaptoetanol, en cuyo caso se utiliza peróxido de hidrógeno como agente de oxidación, en este caso resulta, no obstante, una mezcla a base de di- y trisulfuros. Además de ello, se necesita peróxido de hidrógeno en unas cantidades superiores a las estequiométricas, lo que encarece considerablemente el procedimiento.

- 45 En el documento US-PS 4 288 627 se describe un procedimiento para la preparación de disulfuros mediante una oxidación de tioles, en cuyo caso se utiliza una mezcla de catalizadores a base de molibdato de cobalto y de unas aminas terciarias líquidas. La preparación de disulfuro de dihidroxietileno no se describe en este documento de patente. El procedimiento, transferido a la preparación de disulfuro de dihidroxietileno, trabaja de un modo poco selectivo y con un escaso rendimiento, puesto que él da lugar asimismo a unos productos secundarios y a una oxidación excesiva.
- 50

- En el documento US PS 4 078 992 se describe asimismo un procedimiento, en el que unos materiales destilados de hidrocarburos que contienen mercaptanos, se oxidan con oxígeno o con un gas que contiene oxígeno, en este caso, como catalizador se emplea una ftalocianina de un metal.
- 55

- Adicionalmente a los catalizadores allí descritos, en el caso de la reacción se puede utilizar concomitantemente también un promotor, p.ej. ácido bórico, cromato de amonio, cloruro de amonio y también una sal metálica, a saber cloruro de hierro III. Allí no se menciona explícitamente ninguna sal adicional como promotor.
- 60

Finalmente, se ha de remitir al documento US PS 4 721 813, que describe la preparación de unos disulfuros a partir de los correspondientes mercaptoalcoholes mediante una oxidación con oxígeno. En este documento de patente se prescribe la utilización de amoníaco gaseoso anhidro en unas pequeñas cantidades, a saber en una relación molar

del amoníaco al mercaptoalcohol situada por debajo de 0,01 : 1. Además, se prescribe obligatoriamente trabajar en ausencia de cualquier tipo de catalizadores que contengan metales. Ciertamente, se escribe de una reacción al ciento por ciento. Para esto, se requiere, no obstante, una presión relativamente alta. El producto obtenido no está sin embargo exento de olores, además subsiste muy fácilmente el peligro de una oxidación excesiva.

En la Figura I se compara esquemáticamente la evolución de una oxidación de mercaptoetanol según el procedimiento de acuerdo con el documento US PS 4 721 813 (curva **b**) con la evolución de la oxidación de mercaptoetanol de acuerdo con el invento (curva **a**). La curva **a** muestra, que en el caso de un 100 % correspondientemente al consumo teórico de acuerdo con la ecuación de reacción indicada al principio, ya no se absorbe ninguna cantidad más de oxígeno, que por lo tanto la reacción ha finalizado y que no tienen lugar otras reacciones de oxidación tales como una oxidación excesiva.

La curva **b** muestra que también después del consumo de un 100 % de la cantidad teórica de oxígeno se convierte químicamente más cantidad de oxígeno, lo que significa que tienen lugar unas reacciones adicionales tales como una oxidación excesiva. Además, se ha puesto de manifiesto que ya antes de que se haya consumido la cantidad teórica de 100 % de oxígeno, se desarrollan unas reacciones secundarias, es decir que una parte del oxígeno no reacciona de una manera correspondiente a la ecuación de reacción indicada al principio. La oxidación excesiva se hace apreciable por la formación de unos compuestos con una valencia más alta del azufre o respectivamente con unos enlaces S-O.

En el documento de patente europea EP 0 288 104 se describe un procedimiento para la preparación de disulfuros, en cuyo caso se oxidan unos tioles en una solución acuosa alcalina en presencia de disolventes orgánicos, que esencialmente no son miscibles con agua. En el caso de los tioles previstos para la oxidación se trata de unos usuales tioles alifáticos, cicloalifáticos o aromáticos, que también llevan ciertos sustituyentes tales como halógenos u otros grupos hidrocarbilos aromáticos o alifáticos, grupos alcoxi o grupos ariloxi, sin embargo, unos tioles, que llevan grupos hidroxilo, en particular mercaptoetanol, no son mencionados en este documento.

En la cita bibliográfica J.ORG.CHEM., tomo 60, 1995, páginas 3266 - 3267 se describe el desproporcionamiento de tioles en presencia de unos catalizadores de cobre. El desproporcionamiento tiene lugar bajo nitrógeno. En el caso del procedimiento allí descrito no se lleva a cabo ninguna oxidación mediando utilización de agentes oxidantes.

Si bien ya se conocen una serie de procedimientos, según los cuales el disulfuro de dihidroxietileno es obtenible mediante una oxidación de mercaptoetanol, sigue subsistiendo todavía una fuerte necesidad de un procedimiento mejorado, que sea realizable técnicamente de un modo fácil, que sea favorable para el medio ambiente y barato, para la preparación del disulfuro de dihidroxietileno por conversión química de mercaptoetanol.

Por lo tanto, una misión del invento es la de poner a disposición un procedimiento que se pueda realizar de un modo sencillo, que conduzca a un producto uniforme con una composición definida, que trabaje con un alto rendimiento y una alta selectividad, y que sea realizable en el transcurso de breves períodos de tiempo de reacción.

Además, es una misión del invento poner a disposición un procedimiento, que se pueda realizar de un modo rentable y que en particular no conlleve ningún problema para el aire de salida y las aguas residuales, y en cuyo caso no exista ningún peligro de una oxidación excesiva, ni siquiera cuando se presente una oferta excesiva de oxígeno o respectivamente de un gas que contiene oxígeno.

El problema planteado por esta misión es resuelto mediante un procedimiento para la preparación de disulfuro de dihidroxietileno por reacción de mercaptoetanol con oxígeno o con unos gases que contienen oxígeno, en cuyo caso se convierte químicamente el mercaptoetanol en presencia de amoníaco y/o de unas aminas mediando utilización de sales de cobre o manganeso con oxígeno o con unos gases que contienen oxígeno.

De manera preferida, como catalizador se utilizan unas sales de cobre (II) o manganeso (II). Como una sal de cobre (II) se adecua en particular el acetato de cobre, y como una sal de manganeso se adecua en particular el acetato de manganeso.

Es ventajoso emplear el amoníaco en forma de amoníaco acuoso. Las aminas se emplean de manera preferida en estado anhidro.

De manera preferida, la reacción se lleva a cabo a 20 - 70 °C, en particular a 35 - 45 °C.

En el caso de la reacción es ventajoso disponer previamente el mercaptoetanol y añadir dosificadamente el oxígeno a la carga previa.

Además, es ventajoso llevar a cabo la reacción bajo una presión parcial de oxígeno de 0,5 - 5 bares.

De manera preferida, la reacción se lleva a cabo bajo una sobrepresión de oxígeno, en particular a una sobrepresión de 1 a 5, en particular de 1 - 2,5 bares.

Es ventajoso llevar a cabo la reacción bajo una constante sobrepresión de oxígeno.

Es ventajoso llevar a cabo el procedimiento sin ningún disolvente orgánico adicional.

- 5 En una forma ventajosa de realización del procedimiento conforme al invento, la reacción se lleva a cabo en un medio acuoso. Un medio acuoso dentro del marco del invento significa que está presente agua en unas proporciones que alcanzan desde unos pocos tantos por ciento hasta p.ej. 70 % o más, referidas a la cantidad total de las sustancias empleadas.
- 10 Es ventajoso que el agua esté presente en unas proporciones de 10 a 70 % en peso.

Es posible, por ejemplo, disponer previamente el agua, añadir luego el mercaptoetanol, reunir la tanda con el catalizador así como con amoníaco o respectivamente con unas aminas e introducir luego en el reactor el oxígeno o un gas que contiene oxígeno.
- 15 También es posible disolver el mercaptoetanol primeramente de manera directa en agua y aportar esta solución al recipiente de reacción.
- 20 Mediante la utilización concomitante de agua es posible controlar la velocidad de la reacción, sin influir negativamente ni sobre el rendimiento ni sobre la selectividad. De esta manera se controla también la cantidad de calor que se libera en una unidad de tiempo, y se puede evitar un aumento demasiado rápido de la temperatura o que la reacción se vuelva impetuosa.
- 25 Los modos de trabajo con oxígeno en común con unos gases inertes y/o en un medio acuoso tienen además unas ventajas técnicas de seguridad. De esta manera se evitan, en efecto, unos posibles peligros de explosión, que pueden resultar p.ej. en el caso de la aparición repentina de una fuente de inflamación.

El procedimiento conforme al invento se puede llevar a cabo, por ejemplo, de la siguiente manera.
- 30 En un reactor a presión se dispone previamente el mercaptoetanol y se mezcla con unas cantidades catalíticas de amoníaco concentrado acuoso, así como con unas cantidades catalíticas de una sal de manganeso, de manera preferida acetato de manganeso o con unas correspondientes cantidades catalíticas de una sal de cobre, en particular acetato de cobre.
- 35 A continuación se introduce oxígeno bajo presión, por ejemplo con 2,5 bares, mediando agitación enérgica. En este caso, el reactor es enfriado. En lugar de oxígeno puro se puede utilizar también una mezcla gaseosa que contiene oxígeno, tal como, p.ej. aire u oxígeno y uno o varios gases inertes, tales como nitrógeno o gases nobles.
- 40 Con el fin de obtener una correspondiente presión de oxígeno, evidentemente la presión total se tiene que ajustar de tal manera que se alcance la deseada presión parcial de oxígeno.

De manera preferida, la sal metálica se añade disuelta en amoníaco, o respectivamente en la amina.
- 45 Con el fin de alcanzar una velocidad de reacción comparable con la que se produce en el caso de trabajar con oxígeno puro, en el caso de la utilización de una mezcla gaseosa que contiene oxígeno se tiene naturalmente que elevar de una manera correspondiente la presión total de la mezcla gaseosa, con el fin de que la presión parcial de oxígeno corresponda a la presión del oxígeno en el caso del modo de trabajo con oxígeno puro.
- 50 La reacción se inicia inmediatamente. A ser posible, la temperatura no debería subir por encima de 50 °C. La reacción es fuertemente exotérmica, y por lo tanto es conveniente procurar una correspondiente refrigeración eficaz. Si, no obstante, la temperatura debiese subir por encima de 50 °C, mediante una disminución de la presión parcial de oxígeno se puede frenar la reacción.
- 55 El oxígeno se puede introducir directamente en el mercaptoetanol, que se distribuye inmediatamente en el líquido y reacciona. Sin embargo, también es posible introducir el oxígeno por encima de la superficie del líquido, de tal manera que resulte por así decir una atmósfera de oxígeno por encima del mercaptoetanol. Durante la agitación (de manera preferida con un agitador de gaseo) el mercaptoetanol absorbe rápidamente el oxígeno requerido a partir de la atmósfera.
- 60 La reacción está finalizada cuando se haya consumido la cantidad exactamente estequiométrica de oxígeno, lo que se pone de manifiesto en el hecho de que no es absorbida ninguna cantidad más de oxígeno por la mezcla de reacción.
- 65 De manera preferida, la reacción se lleva a cabo bajo una presión constante de oxígeno. Esto puede suceder de tal manera que en un reactor a presión, sobre el mercaptoetanol dispuesto previamente, que está provisto del catalizador y de amoníaco y/o de varias aminas, se ajusta una atmósfera de oxígeno, p.ej. con una mezcla gaseosa

que contiene oxígeno con una determinada sobrepresión, por ejemplo de 2,5 o 5 bares. El reactor está conectado con una fuente de oxígeno, p.ej. a través de un tubo provisto de un aparato de medición del volumen. A través de este tubo, mientras que dura la reacción, se repone oxígeno con la sobrepresión escogida. Tan pronto como haya finalizado la reacción, no tiene lugar ningún consumo de oxígeno y por consiguiente tampoco tiene lugar ya ninguna reposición del oxígeno.

Otra variante consiste en que en el recipiente de reacción se ajusta una determinada sobrepresión de partida, que disminuye como consecuencia del consumo de oxígeno de una manera correspondiente a la evolución de la reacción. Si el oxígeno ha alcanzado un determinado valor más bajo de la presión, mediante una aportación renovada de oxígeno bajo presión se produce de nuevo la presión de partida. Esto se repite hasta tanto que la presión permanezca constante, es decir que corresponda a la sobrepresión de partida, lo que significa que la reacción ha finalizado.

Otra forma de realización del procedimiento conforme al invento consiste en que después de la introducción del mercaptoetanol en el reactor a presión, se introduce un gas inerte p.ej. nitrógeno. Entonces, mediante una aportación de oxígeno bajo presión se ajusta una correspondiente presión parcial de oxígeno, con el fin de dar lugar a una iniciación de la reacción. Para la compleción de la reacción se repone la cantidad estequiométrica de oxígeno.

La reacción no requiere ningún disolvente orgánico, además es posible trabajar sin la adición de agua, es decir que el amoníaco requerido como catalizador se puede añadir también en forma gaseosa a la mezcla de reacción. No obstante, la presencia de agua no perturba a la reacción.

Como aminas se pueden emplear unas aminas alifáticas primarias, secundarias o también terciarias. También es posible utilizar unas mezclas de aminas.

Como aminas, dentro del marco de invento se pueden emplear, entre otras, también las siguientes aminas: monometil-amina, así como di- y trimetil-amina, mono-, di- y trietil-amina, mono-, di- y tripropil-amina, y ciertamente tanto las correspondientes n-propil- como también las isopropil-aminas. También se pueden utilizar las correspondientes butil-aminas con un radical butilo lineal o ramificado, es decir las correspondientes n-, iso- y t-butil-aminas, así como unas aminas mixtas tales como, por ejemplo, dimetil-etil-amina, metil-etil-amina, dietil-metil-amina y similares. Es posible la utilización de otras aminas alifáticas, entre otras las que tienen más de 4 átomos de carbono.

Como sales de cobre entran en cuestión tanto unas sales monovalentes como también divalentes de ácidos orgánicos o inorgánicos. Como ejemplos de sales de cobre monovalentes se han de mencionar cloruro, bromuro y yoduro de cobre (I). También se pueden emplear isotiocianatos, acetatos, sulfuros, etc. de cobre. Como sales de cobre (II) se adecuan cloruro, bromuro, sulfuro, sulfato, nitrato, nitrito, isotiocianato, cianuro, etc. de cobre (II).

Como sales de manganeso se adecuan en particular acetato de manganeso, sulfato de manganeso y cloruro de manganeso así como unas sales de manganeso con unos aniones, como los que se han mencionado precedentemente para las sales de cobre.

Resultó especialmente sorprendente que mediante el procedimiento conforme al invento fuese posible preparar el disulfuro de dihidroxietileno en altos rendimientos por reacción de mercaptoetanol con oxígeno. La conversión química es prácticamente de 100 %, el producto resultante tiene una definida composición uniforme y es transparente como el agua. No tienen lugar reacciones secundarias, de tal manera que se suprimen unas costosas etapas de purificación.

Así, tampoco se requiere ninguna recuperación de un producto de partida que no haya reaccionado. El período de tiempo de reacción es muy breve. Puesto que el disulfuro no se puede purificar mediante una destilación (con descomposición), este hecho constituye una ventaja especial.

La amina o respectivamente el amoníaco que se ha empleado se separa por destilación por la cabeza después de haberse terminado la reacción, en común con el agua de reacción que se ha formado, y se puede utilizar de nuevo para la siguiente reacción.

Puesto que en el caso de la reacción tiene lugar una conversión química completa de los productos de partida empleados, tampoco se requiere adoptar ninguna precaución especial para la purificación del aire de salida. No se presentan problemas de ningún tipo con aguas residuales.

En contraposición al procedimiento de acuerdo con el estado de la técnica, no tiene lugar ninguna otra reacción, cuando el oxígeno está presente en un exceso, lo que constituye otra gran ventaja para la seguridad de la producción.

El catalizador de una sal metálica, que está presente todavía en unas cantidades trazas en el producto de reacción, no perturba. De esta manera, el producto final se puede elaborar directamente.

El invento se ilustra más detalladamente con ayuda de los siguientes Ejemplos:

Ejemplo 1:

- 5 En un autoclave con una capacidad de 100 l se disponen previamente 55 kg de mercaptoetanol, 200 ml de amoníaco concentrado y 15 mg de acetato de manganeso. El reactor está provisto de un refrigerante y de un agitador de gaseo. El agitador de gaseo se pone en funcionamiento a la temperatura ambiente, y se extrae oxígeno desde un recipiente de reserva a través de un caudalímetro (en inglés Flowmeter) con 2,0 bares y se abre la válvula hacia el autoclave.
- 10 Después de haber calentado a aproximadamente 30 °C, se inicia la reacción, lo que se hace apreciable por un consumo de oxígeno a través del caudalímetro así como por la enérgica subida de la temperatura en el reactor. Seguidamente, mediante una refrigeración, eventualmente también mediante una reducción de la presión de oxígeno, se debe de procurar que la temperatura no sobrepase en lo posible los 60 °C. Tan pronto como se haya introducido la cantidad estequiométrica de oxígeno, para esto se requiere un período de tiempo de 2 - 5 horas, la reacción finaliza por sí misma, lo que es apreciable por una disminución de la temperatura en el reactor y el cese de la circulación de gases en el caudalímetro. Seguidamente, se interrumpe la conexión con el oxígeno. En el reactor se aplica un vacío de 50 - 100 mbar y el agua se separa por destilación por la cabeza en común con el amoníaco. Como residuo quedan 54 kg de un líquido transparente, lo que corresponde a un rendimiento de 99,5 % del disulfuro de dihidroxietileno.

Ejemplo 2

- 25 Análogamente al Ejemplo 1, se disponen previamente 55 kg de mercaptoetanol en común con 150 ml de trietil-amina y 25 mg de acetato de cobre (II), y después de haber conectado el agitador de gaseo, se aumenta la presión en el reactor hasta una presión de oxígeno de 4 bares, y después de esto se cierra de nuevo la conexión con el recipiente de reserva de oxígeno.
- 30 La reacción se inicia inmediatamente, la temperatura sube hasta 60 °C y la presión de oxígeno en el reactor comienza a disminuir rápidamente (hay un consumo de oxígeno). Cuando la presión en el reactor ha disminuido hasta 1,5 bares (después de aproximadamente 30 min), se abre de nuevo la válvula hacia el recipiente de reserva de oxígeno y de esta manera la presión en el reactor aumenta de nuevo hasta 4 bares. De nuevo se efectúa una apreciable elevación de la temperatura hasta 55 °C, y la presión disminuye después de esto de nuevo, en el transcurso de aproximadamente 30 minutos, hasta 1,5 bares.
- 35 Este modo de proceder se repite hasta que ya no sea comprobable ninguna disminución apreciable de la presión. Esto indica que la reacción ha finalizado y que no tiene lugar ningún consumo adicional de oxígeno. La elaboración se efectúa de una manera análoga a la del Ejemplo 1 mediante aplicación de un vacío y por medio de una destilación por la cabeza del agua de reacción en común con la amina terciaria. Como residuo quedan 54,1 kg de un líquido transparente teñido con un color ligeramente parduzco (debido a las cantidades trazas de las sales de cobre que permanecen en el producto) con una pureza de 99,9 %, lo que corresponde a un rendimiento de 99,6 % de disulfuro de dihidroxietileno.

Ejemplo 3

- 45 En un reactor a presión esmaltado, con una capacidad de 800 litros, de la entidad Pfaudler, que está provisto de una corona de toberas, de un agitador, de un elemento rompedor de la circulación y de un refrigerante a presión, se dispusieron previamente 440 kg de mercaptoetanol en común con 1 l de tributil-amina y 200 mg de sulfato de manganeso y se puso en marcha el agitador. A la temperatura ambiente se introduce luego aire comprimido con 10 - 15 bares a través de la corona de toberas situada junto al fondo del reactor, y a través de una válvula antirretorno (de sobrepresión) ajustada a 8 - 10 bares se retira de nuevo junto al extremo del refrigerante a presión. En este caso, se consume una parte del contenido de oxígeno del aire comprimido, lo que se hace apreciable en un aumento de la temperatura de reacción en el reactor. La cantidad del aire a presión introducido se ajusta de tal manera, que la temperatura de reacción en el reactor no sobrepase los 60 °C.
- 50 Por lo tanto, al comienzo de la reacción, la aportación de aire se ha de estrangular algo, hacia el final de la reacción se hace pasar a su través, por el contrario, la cantidad total de aire (del compresor). A pesar de todo, la temperatura de reacción disminuye después de aproximadamente 8 h de nuevo hasta la temperatura ambiente; la reacción ha finalizado. Después de la separación del agua de reacción y de la amina, quedan atrás 420 kg de un líquido transparente de manera correspondiente a un rendimiento de 99 %. Una pequeña proporción de mercaptoetanol es descargada con el aire y se encuentra de nuevo en el depósito de carga previa del refrigerante, de tal manera que la selectividad de la reacción es prácticamente cuantitativa.
- 60

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de disulfuro de dihidroxietileno por reacción de mercaptoetanol con oxígeno, en cuyo caso se hace reaccionar el mercaptoetanol, en presencia de amoníaco y/o de unas aminas mediando utilización de unas sales de cobre o manganeso, con oxígeno o con un gas que contiene oxígeno.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que como sal de cobre se utilizan unas sales de cobre II.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que como sal de manganeso se utilizan unas sales de manganeso II.
4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado por que como sal de cobre II se utiliza acetato de cobre.
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado por que como sal de manganeso II se utiliza acetato de manganeso.
6. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado por que se dispone previamente mercaptoetanol y se añade dosificadamente oxígeno al depósito de carga previa.
7. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 6, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo bajo una presión parcial de oxígeno de 0,5 a 5 bares.
8. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 7, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo bajo una sobrepresión de oxígeno de 1 - 5 bares.
9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo a una presión de 1 - 2,5 bares.
10. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 9, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo bajo una presión constante de oxígeno.
11. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 10, caracterizado por que para la reacción se utiliza una cantidad estequiométrica de oxígeno.
12. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 11, caracterizado por que se utiliza amoníaco acuoso.
13. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 12, caracterizado por que la sal metálica se utiliza disuelta en amoníaco o en la amina.
14. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 13, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo a 20 hasta 60 °C.
15. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo a 35 hasta 45 °C.
16. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 15, caracterizado por que la conversión química se lleva a cabo en ausencia de disolventes orgánicos.
17. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 16, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo en un medio acuoso.
18. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 17, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo en presencia de 10 - 70 % en peso de agua, referido a la cantidad total de las sustancias empleadas.

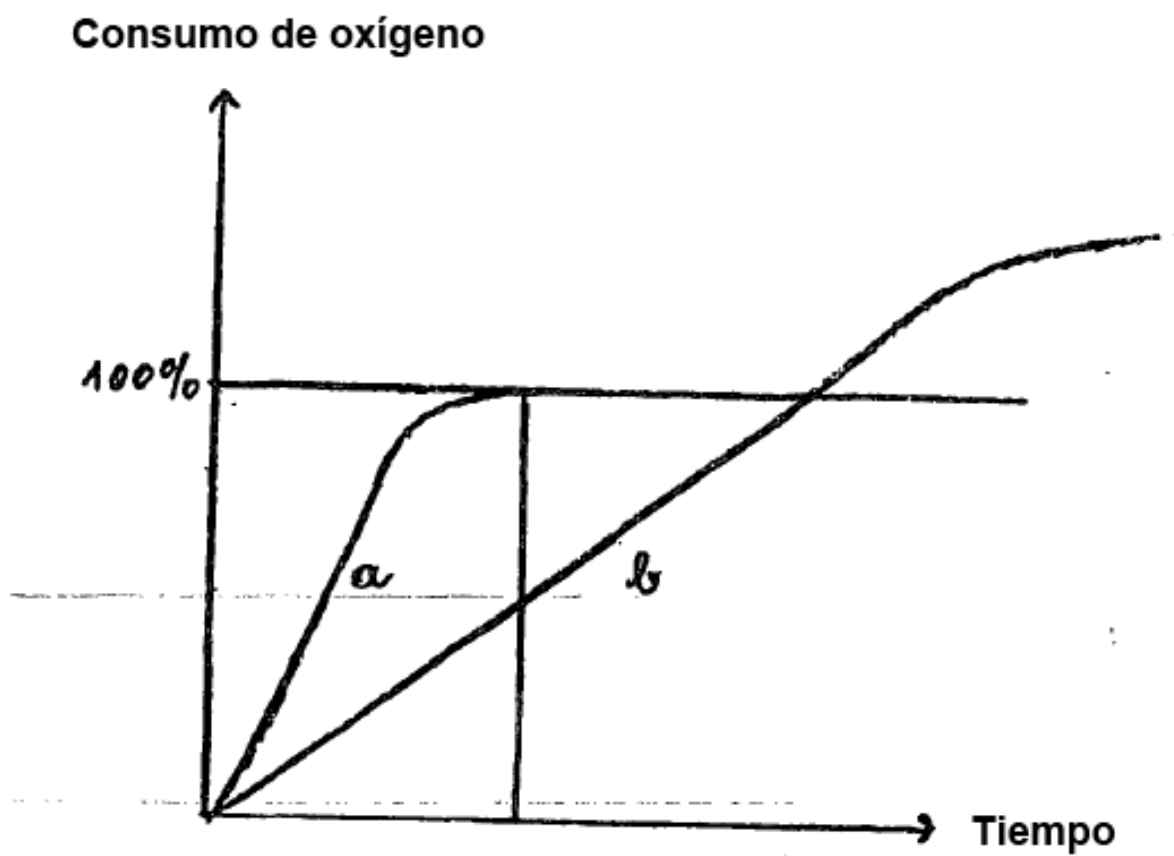


Fig I