

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 692 798**

51 Int. Cl.:

**C07C 319/24** (2006.01)

**C07C 323/12** (2006.01)

**C10M 135/24** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.12.2014 PCT/EP2014/076983**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.06.2015 WO15086565**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.12.2014 E 14816166 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.07.2018 EP 3080079**

54 Título: **Oxidación de 2-mercaptoetanol**

30 Prioridad:

**11.12.2013 EP 13196578**

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

**05.12.2018**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
Carl-Bosch-Strasse 38  
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**VAUTRAVERS, NICOLAS y  
TELES, JOAQUIM HENRIQUE**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

ES 2 692 798 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 2-mercaptoetanol

La presente invención se refiere a un proceso para la preparación de disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) por oxidación de 2-mercaptoetanol con oxígeno en una mezcla de reacción que comprende al menos una sal o complejo que comprende hierro distribuido de forma homogénea como catalizador y al menos una amina terciaria.

En la técnica anterior ya se han mencionado procesos para la preparación de disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo).

Los documentos de patente US 4.258.212 y US 5.659.086 describen la oxidación de 2-mercaptoetanol a disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) con peróxido de hidrógeno en presencia de una base. De acuerdo con el documento de patente US 4.258.212, un hidróxido de metal alcalino tal como hidróxido sódico se requiere para controlar el pH dentro de un intervalo de 7 a 9. El documento de patente US 5.659.086 enseña el uso de una base inorgánica u orgánica, incluyendo hidróxidos de metal alcalino tales como hidróxido sódico así como aminas primarias, secundarias o terciarias. Una desventaja decisiva de estos procesos es el uso de peróxido de hidrógeno, debido a su precio elevado. Debido a su capacidad de oxidación elevada, el peróxido de hidrógeno también requiere una manipulación cuidadosa durante el transporte, almacenamiento y en particular durante su aplicación como agente oxidante. Una desventaja adicional del peróxido de hidrógeno es su dilución elevada con agua. El peróxido de hidrógeno técnico normalmente solo tiene un contenido de un 50 % en peso de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> por razones de seguridad. El resto es agua, además de trazas de un estabilizante, que disminuye la eficacia de la reacción de oxidación y que conduce a un producto de reacción altamente diluido. Como consecuencia el producto de reacción se tiene que procesar adicionalmente para obtener el disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) con un bajo contenido de agua.

El documento de patente US 2004/0116748 A1 desvela la oxidación de mercaptanos tales como 2-mercaptoetanol a los correspondientes disulfuros usando azufre elemental como agente oxidante. Una desventaja decisiva de este proceso es la formación estequiométrica de sulfuro de hidrógeno, que es altamente tóxico y que se tiene que eliminar con cuidado del producto de reacción y desechar.

Y. Wang *et al.*, en *Biomacromolecules* 2011, 12, 66 a 74, mencionan la síntesis de disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) por oxidación de 2-mercaptoetanol usando dimetilsulfóxido como agente oxidante. Una desventaja decisiva de este proceso es la necesidad de dimetilsulfóxido como agente de oxidación, que se tiene que producir en un proceso complejo. Otra desventaja decisiva es la formación estequiométrica de sulfuro de dimetilo que tiene un mal olor y que se tiene que eliminar del producto de reacción y desechar.

S. Murata *et al.*, en *Journal of Chemical Society Perkin Transactions*, 1989, 617 to 621, desvelan la conversión de compuestos nitro aromáticos con 2-mercaptoetanol en presencia de un complejo de hierro o sal de hierro y un disolvente en la correspondiente amina aromática y disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo). Una desventaja decisiva de este proceso es el uso de compuestos nitro aromáticos como el agente de oxidación. Los compuestos nitro aromáticos solamente son accesibles a través de procesos complejos que normalmente son tóxicos o incluso explosivos. Otra desventaja decisiva es la formación estequiométrica de las aminas aromáticas correspondientes, que normalmente también son tóxicas y que se tienen que eliminar del producto de reacción y desechar.

Otro agente de oxidación para oxidar 2-mercapto etanol en disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) que se describe en el estado de la técnica es oxígeno, tal como oxígeno puro o aire. El uso de oxígeno tiene la ventaja general de que como producto secundario de la oxidación solo se producen pequeñas cantidades de agua.

El documento de patente US 2006/0142616 A1 y su equivalente alemán DE 103 23 839 B3 enseñan la preparación de disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) por oxidación de 2-mercaptoetanol con oxígeno en presencia de una sal de cobre o una sal de manganeso como catalizador y amoniaco o una amina primaria, secundaria o terciaria amina como co-catalizador. Se reivindica que la conversión es de aproximadamente un 100 % sin conducir a productos secundarios. De acuerdo con la enseñanza de este documento, no se requieren etapas de purificación amplias, pero el amoniaco y las aminas añadidas, respectivamente, se retiran por destilación junto con agua. Incluso si parece que el agente de oxidación usado, las condiciones de reacción, la conversión y el rendimiento de disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) de acuerdo con el presente documento son beneficiosos, los catalizadores aplicados muestran ciertas desventajas. El cobro y el manganeso son raros, no son fáciles de extraer y por lo tanto son relativamente caros. Además, se sabe bien que el cobre es tóxico, en particular si se absorbe a través de alimento sólido o fluidos tales como agua potable.

H. Adibi *et al.*, en *Chinese Journal of Chemistry*, 2008, 26, 2086 a 2092, enseñan la conversión de 2-mercaptoetanol en disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) por oxidación con oxígeno en presencia de trifluoroacetato de hierro(III) y yoduro sódico. Se describe que la conversión es muy elevada con un rendimiento de un 97 %. La proporción tiol/catalizador/Nal usada en el experimento fue 1/0,1/0,2, que corresponde a una concentración elevada de catalizador de trifluoroacetato de hierro(III) de un 10 % en moles y una concentración elevada de yoduro sódico de un 20 % en moles, de modo que ambos valores de porcentaje están en relación con el 2-mercaptoetanol.

El documento "A. Parmar *et al.*, Synthetic Communications, vol. 37, n.º 14, páginas 2301 a 2308" desvela un proceso para la oxidación de alquil/arilo tioles a disulfuros usando perclorato de hierro(III) adsorbido sobre gel de sílice.

El documento de patente US 4.606.833 A desvela el uso de disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) como aditivo lubricante, pero en este documento no se desvelan procesos para su preparación.

- 5 Por lo tanto el objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para la preparación de disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) partiendo con 2-mercaptoetanol usando un oxidante que deja la cantidad más pequeña posible de agua u otras sustancias en el producto en bruto. Además, se proporcionará un proceso que da lugar al producto deseado con alto rendimiento y alta pureza, preferentemente sin etapas de purificación adicionales. En el proceso se usará un catalizador que contiene al menos un metal que no es tóxico para animales, seres humanos y/o el medio ambiente y que por lo tanto no se tiene que separar de la mezcla de reacción después de la finalización de la reacción.

Estos objetos se resuelven con el proceso para la preparación de disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) por oxidación de 2-mercaptoetanol con oxígeno en una mezcla de reacción que comprende al menos una sal o complejo que comprende hierro distribuido de forma homogénea como catalizador y al menos una amina terciaria, de acuerdo con la presente invención.

- 15 El proceso de acuerdo con la presente invención se realiza para obtener disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) por oxidación de 2-mercaptoetanol. La reacción, que en general es conocida por el experto en la materia, se muestra con lo que sigue a continuación:



- 20 El sustrato del proceso de acuerdo con la presente invención es 2-mercaptoetanol. Éste se puede preparar usando procesos que son conocidos por el experto en la materia, por ejemplo mediante la adición de H<sub>2</sub>S a óxido de etileno. Además, el 2-mercaptoetanol también está disponible en el mercado.

En general, el 2-mercaptoetanol se puede usar con una pureza que es habitual para compuestos químicos que se usan en reacciones químicas. Preferentemente, el 2-mercaptoetanol se usa en el proceso de acuerdo con la presente invención con una pureza de al menos un 95 % en peso, más preferentemente al menos un 98 % en peso.

- 25 El producto deseado que se obtiene con el proceso de acuerdo con la presente invención, es disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) y en general es conocido por el experto en la materia. De acuerdo con la presente invención, el disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) en bruto en general se obtiene con una pureza de al menos un 80 % en peso, más preferentemente al menos un 85 % en peso.

- 30 En el proceso de acuerdo con la presente invención, como el agente oxidante se usa oxígeno. De acuerdo con la presente invención el oxígeno se puede añadir en forma pura como un gas. Además, también es posible usar el oxígeno como una mezcla con gases adicionales, preferentemente con gases que son inertes hacia los compuestos químicos que están presentes en la mezcla de reacción de acuerdo con la presente invención.

- 35 Los gases que pueden estar presentes en mezclas que comprenden oxígeno que se usan de acuerdo con la presente invención se seleccionan preferentemente entre el grupo que consiste en dióxido de carbono, gases nobles tales como helio, argón, nitrógeno y mezclas de los mismos.

De acuerdo con una realización preferente del proceso de acuerdo con la presente invención, como un gas que comprende oxígeno se usa aire. En general, el aire comprende nitrógeno, oxígeno, argón, y gases adicionales en cantidades menores.

- 40 La cantidad de oxígeno que se usa en el proceso de acuerdo con la presente invención en general se ajusta mediante la presión de oxígeno, en particular mediante la presión parcial de oxígeno en el gas que se usa.

En general, el proceso de acuerdo con la presente invención se puede realizar a cualquier presión parcial de oxígeno que sea adecuada, en particular con respecto a la tasa de reacción, cantidad de productos secundarios, etc.

El proceso de acuerdo con la presente invención se realiza preferentemente a una presión parcial de oxígeno de 20 a 2000 kPa (de 0,2 a 20 bares) (a), de forma particularmente preferente de 100 a 1000 kPa (de 1 a 10 bares) (a).

Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, que se realiza a una presión parcial de oxígeno de 20 a 2000 kPa (de 0,2 a 20 bares) (a), de forma particularmente preferente de 100 a 1000 kPa (de 1 a 10 bares) (a).

5 De acuerdo con la realización preferente del proceso de acuerdo con la presente invención, en la que como gas que comprende oxígeno se usa aire, el proceso de la presente invención se realizará una presión de 100 a 3000 kPa (de 1 a 30 bares) (a), preferentemente de 500 a 2500 kPa (de 5 a 25 bares) (a), más preferentemente de 1000 a 2000 kPa (de 10 a 20 bares) (a).

10 La mezcla de reacción que se usa en el proceso de acuerdo con la presente invención comprende 2-mercaptoetanol, disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo), al menos una amina terciaria, al menos una sal o complejo que comprende hierro y oxígeno.

Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, en el que la mezcla de reacción comprende 2-mercaptoetanol, disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo), al menos una amina terciaria, al menos una sal o complejo que comprende hierro y oxígeno.

15 De acuerdo con una realización preferente del proceso de acuerdo con la presente invención, la mezcla de reacción no comprende ningún componente adicional además de sustrato, producto, catalizador, amina terciaria y oxígeno. Durante la reacción, el agua se prepara a partir del oxidante, lo que proporciona una mezcla de reacción que comprende adicionalmente agua en cantidades menores. Además, si se usa aire como gas que contiene oxígeno, los gases tales como nitrógeno y argón también están presentes en la mezcla.

20 Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, en el que la mezcla de reacción consiste en 2-mercaptoetanol, disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo), al menos una amina terciaria, al menos una sal o complejo que comprende hierro, agua, oxígeno y opcionalmente componentes adicionales tales como nitrógeno y argón, más preferentemente la mezcla de reacción consiste en 2-mercaptoetanol, disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo), al menos una amina terciaria, al menos una sal o complejo que comprende hierro, agua y oxígeno.

25 Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, en el que la mezcla de reacción consiste en 2-mercaptoetanol, disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo), al menos una amina terciaria, al menos una sal o complejo que comprende hierro, agua, oxígeno y opcionalmente componentes adicionales.

30 Además preferente, el proceso de acuerdo con la presente invención se realiza en ausencia de cualquier disolvente, preferentemente en ausencia de agua y/o cualquier disolvente orgánico. De acuerdo con la presente invención, "en ausencia de cualquier disolvente, preferentemente en ausencia de agua y/o cualquier disolvente orgánico" se refiere a que la cantidad de disolvente tal como agua y/o disolvente orgánico es inferior a un 10 % en peso, preferentemente inferior a un 5 % en peso.

35 El proceso de acuerdo con la presente invención se realiza en presencia de al menos una sal o complejo que comprende hierro distribuido de forma homogénea como catalizador.

40 En general, se pueden usar todas las sales o complejos que comprenden hierro que se puede distribuir de forma homogénea en la mezcla de reacción. Debido al hecho de que la mezcla de reacción comprende predominantemente compuestos orgánicos, en particular 2-mercaptoetanol, disulfuro de bis-(2-hidroxi-etilo) y al menos una amina terciaria, la sal o complejo de hierro se debería poder distribuir de forma homogénea en este medio.

45 Por lo tanto, en el proceso de acuerdo con la presente invención al menos preferentemente se usa una sal o complejo de hierro, que tiene una solubilidad de al menos 0,1 mmol/l, de forma particularmente preferente de al menos 0,2 mmol/l, más preferentemente al menos 0,5 mmol/l, en cada caso en el medio que se ha mencionado anteriormente y en cada caso con respecto a toda la mezcla de reacción. Un límite superior de la solubilidad del a al menos una sal o complejo de hierro que se usa en el proceso de acuerdo con la presente invención es por ejemplo 1,0 mol/l.

Además preferente, la al menos una sal o complejo de hierro se selecciona entre sales o complejos de hierro orgánicos o inorgánicos.

50 Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, en el que la al menos una sal o complejo de hierro se selecciona entre sales o complejos de hierro orgánicos o inorgánicos.

Además preferente, el hierro que está presente en la al menos una sal o complejo de hierro que se usa como catalizador puede tener cualquier estado de oxidación adecuado tal como 0, +2 y/o +3, preferentemente +2 y/o +3.

Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, en el que la al menos una sal de hierro comprende hierro en el estado de oxidación +2 y/o +3.

- 5 Las sales o complejos de hierro particularmente adecuados, que contienen opcionalmente al menos un ligando neutro, tal como agua, se seleccionan entre el grupo que consiste en óxido de hierro(II), óxido de hierro(III), óxido de hierro(II, III), sulfuro de hierro(II), disulfuro de hierro(II), sulfuro de hierro(II, III), fosfato de litio y hierro(II), óxido de litio y hierro(III), fosfuro de hierro(II), fosfuro de hierro(III), pirofosfato de hierro(III), fosfato de hierro(III), ionóforo IV de hierro(III), molibdato de hierro(II), hexacianoferrato(II) de amonio y hierro(III), ferrocianuro de hierro(III), cloruro de 5,10,15,20-tetraquis(pentafluorofenil)-21H,23H-porfirina y hierro(III), cloruro de 5,10,15,20-tetrafenil-21H,23H-porfirina y hierro(III), cloruro de cloruro de 5,10,15,20-tetraquis(4-metoxifenil)-21H,23H-porfirina y hierro(III), acetato de 2,3,7,8,12,13,17,18-octaetil-21h,23h-porfirina y hierro(III), cloruro de de 2,3,7,8,12,13,17,18-octaetil-21H,23H-porfirina y hierro(III), complejo de acetyl-ciclopentadienil-hierro(II) carbonil trifenilfosfina, hexafluoroantimonato de [N,N'-Bis(2-piridilmetil)]-2,2'-bipirrolidinabis(acetonitrilo)hierro(II), titanato de hierro(II), siliciuro de hierro(II), ionóforo VI de hierro(III), bis(ciclopentadienil)hierro(II), ciclopentadienil(formilciclopentadienil)hierro(II), (boronociclopentadienil)ciclopentadienil hierro(II), tetrafluoroborato de bis(ciclopentadienil)hierro(III), ciclopentadienil[(hidroximetil)ciclopentadienil]hierro(II), bis(acetyl-ciclopentadienil)hierro(II), bis(metilciclopentadienil)hierro(II), bis(etilciclopentadienil)hierro(II), bis(i-propilciclopentadienil)hierro(II), dicloro-bis[*o*-fenilenbis(difenilfosfina)]hierro(II), yoduro de ciclopentadienilhierro(II) y dicarbonilo, bis(pentametilciclopentadienil)hierro(II), bis(tetrametilciclopentadienil)hierro(II), ciclopentadienildicarbonil(tetrahidrofurano)hierro(II), tetrafluoroborato de tricarbonil(ciclooctatetraeno)hierro(II), dímero de ciclopentadienil hierro(II) y dicarbonilo, hexafluorofosfato de ciclopentadienil(flúoreno)hierro(II), sal de hierro(II) de ácido (nicotinamidometil)fosfónico, hexafluorofosfato de tricarbonil(2-metoxiciclohexadienilio)hierro(II), tetrafluoroborato de tricarbonil(4-metoxi-1-metilciclohexadienilio)hierro(II), meso-tetra(4-N-metilpiridil)porfirinahierro(III), 4-dimetilaminopiridinil(pentafenilciclopentadienil)hierro(II), 4-pirrolidinopiridinil(pentametilciclopentadienil)hierro(II), cloruro de 2,6-bis-[1-(2,6-diisopropilfenilimino)etil]piridina y hierro(II), ácido (aminometil)-fosfónico, sal de hierro(II), bis[(1E)-N-(aminocarbotioil)etanohidrazonoil]hierro(II), bis[(1E)-N-(anilino-carbotioil)etanohidrazonoil]hierro(II), bis[(E)-(aminocarbotioil)hidrazono](fenil)metil]hierro(II), i-propóxido de hierro(III), acetato de hierro(II), oxoacetato perclorato de hierro(III), citrato de amonio y hierro(III), acetilacetato de hierro(II), acetilacetato de hierro(III), bromuro de hierro(II), bromuro de hierro(III), cloruro de hierro(II), cloruro de hierro(III), arseniuro de hierro(II), arseniuro de hierro(III), citrato de hierro(III), complejo de hierro(II) ftalocianina bis(piridina), sulfato de etilendiamonio y hierro(II), oxalato de hierro(II), oxalato de hierro(III), oxalato de amonio y hierro(III), fluoruro de hierro(II), fluoruro de hierro(III), fumarato de hierro(II), gluconato de hierro(II), yoduro de hierro(II), yoduro de hierro(III), lactato de hierro(II), nitrato de hierro(III), ftalocianina de hierro(II), ácido ftalocianina de hierro(III)-4,4',4'',4'''-tetrasulfónico, cloruro de ftalocianina de hierro(III), perclorato de hierro(II), perclorato de hierro(III), sulfato de hierro(II), sulfato de hierro(III), sulfato de amonio y hierro(II), sulfato de amonio y hierro(III), fosfato de hierro(II), fosfato de hierro(III), tartrato de hierro(III), (+)-ascorbato de hierro(II), estearato de hierro(II), sulfamato de hierro(II), tetrafluoroborato de hierro(II), tetraetilamonio tetraclorohierro(III), tris(dibenzoilmetanato) de hierro(III), sulfato de tris(etilendiamina)hierro(II), p-toluenosulfonato de hierro(III), trifluorometanosulfonato de hierro(II), trifluorometanosulfonato de hierro(III), trifluoroacetilacetato de hierro(III), cianuro de bis(*o*-fenantrolina)hierro(II), bis(hexafluoroacetilacetato)-(N,N,N',N'-tetrametiletildiamina)hierro(II), ácido etilendiamintetraacético, sal de hierro(III) y sodio, sal disódica de ácido dietilentriaminopentaacético y hierro(III), bis(acetamidinato) de N,N'-di-*t*-butil)hierro(II), 2-etilhexanoato de hierro, naftenato de hierro(III), tris(2,2,6,6-tetrametil-3,5-heptanonodionato)hierro(III) y mezclas de los mismos.
- 45 Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, en el que la al menos una sal o complejo de hierro, que contiene opcionalmente al menos un ligando neutro, tal como agua, se selecciona entre el grupo que consiste en óxido de hierro(II), óxido de hierro(III), óxido de hierro(II, III), sulfuro de hierro(II), disulfuro de hierro(II), sulfuro de hierro(II, III), fosfato de litio y hierro(II), óxido de litio y hierro(III), fosfuro de hierro(II), fosfuro de hierro(III), pirofosfato de hierro(III), fosfato de hierro(III), ionóforo IV de hierro(III), molibdato de hierro(II), hexacianoferrato(II) de amonio y hierro(III), ferrocianuro de hierro(III), cloruro de 5,10,15,20-tetraquis(pentafluorofenil)-21H,23H-porfirina y hierro(III), 5,10,15,20-Tetrafenil-21H, cloruro de 23H-porfirina y hierro(III), cloruro de cloruro de 5,10,15,20-tetraquis(4-metoxifenil)-21H,23H-porfirina y hierro(III), acetato de 2,3,7,8,12,13,17,18-octaetil-21h,23h-porfirina y hierro(III), cloruro de de 2,3,7,8,12,13,17,18-octaetil-21H,23H-porfirina y hierro(III), complejo de acetyl-ciclopentadienil-hierro(II) carbonil trifenilfosfina, hexafluoroantimonato de [N,N'-Bis(2-piridilmetil)]-2,2'-bipirrolidinabis(acetonitrilo)hierro(II), titanato de hierro(II), siliciuro de hierro(II), ionóforo VI de hierro(III), bis(ciclopentadienil)hierro(II), ciclopentadienil(formilciclopentadienil)hierro(II), (boronociclopentadienil)ciclopentadienil hierro(II), tetrafluoroborato de bis(ciclopentadienil)hierro(III), ciclopentadienil[(hidroximetil)ciclopentadienil]hierro(II), bis(acetyl-ciclopentadienil)hierro(II), bis(metilciclopentadienil)hierro(II), bis(etilciclopentadienil)hierro(II), bis(i-propilciclopentadienil)hierro(II), dicloro-bis[*o*-fenilenbis(difenilfosfina)]hierro(II), yoduro de ciclopentadienilhierro(II) y dicarbonilo, bis(pentametilciclopentadienil)hierro(II), bis(tetrametilciclopentadienil)hierro(II), ciclopentadienildicarbonil(tetrahidrofurano)hierro(II), tetrafluoroborato de tricarbonil(ciclooctatetraeno)hierro(II),
- 50
- 55
- 60

dímero de ciclopentadienil hierro(II) y dicarbonilo, hexafluorofosfato de ciclopentadienil(fluoren)hierro(II), sal de hierro(II) de ácido (nicotinamidometil)fosfónico, hexafluorofosfato de tricarbonil(2-metoxiciclohexadienilio)hierro(II), tetrafluoroborato de tricarbonil(4-metoxi-1-metilciclohexadienilio)hierro(II), meso-tetra(4-N-metilpiridil)porfirinahierro(III), 4-dimetilaminopiridinil(pentafenilciclopentadienil)hierro(II), 4-pirrolidinopiridinil(pentametilciclopentadienil)hierro(II), cloruro de 2,6-bis-[1-(2,6-diisopropilfenilimino)etil]piridina y hierro(II), ácido (aminometil)-fosfónico, sal de hierro(II), bis[(1E)-N-(aminocarbotoil)etanolhidrazonoil]hierro(II), bis[(1E)-N-(anilincarbotoil)etanolhidrazonoil]hierro(II), bis[(E)-(aminocarbotoil)hidrazono](fenil)metil]hierro(II), i-propóxido de hierro(III), acetato de hierro(II), oxoacetato perclorato de hierro(III), citrato de amonio y hierro(III), acetilacetato de hierro(II), acetilacetato de hierro(III), bromuro de hierro(II), bromuro de hierro(III), cloruro de hierro(II), cloruro de hierro(III), arseniuro de hierro(II), arseniuro de hierro(III), citrato de hierro(III), complejo de hierro(II) ftalocianina bis(piridina), sulfato de etilendiamonio y hierro(II), oxalato de hierro(II), oxalato de hierro(III), oxalato de amonio y hierro(III), fluoruro de hierro(II), fluoruro de hierro(III), fumarato de hierro(II), gluconato de hierro(II), yoduro de hierro(II), yoduro de hierro(III), lactato de hierro(II), nitrato de hierro(III), ftalocianina de hierro(II), ácido ftalocianina de hierro(III)-4,4',4'',4'''-tetrasulfónico, cloruro de ftalocianina de hierro(III), perclorato de hierro(II), perclorato de hierro(III), sulfato de hierro(II), sulfato de hierro(III), sulfato de amonio y hierro(II), sulfato de amonio y hierro(III), fosfato de hierro(II), fosfato de hierro(III), tartrato de hierro(III), (+)-ascorbato de hierro(II), estearato de hierro(II), sulfamato de hierro(II), tetrafluoroborato de hierro(II), tetraetilamonio tetraclorohierro(III), tris(dibenzoilmetanato) de hierro(III), sulfato de tris(etilendiamina)hierro(II), p-toluenosulfonato de hierro(III), trifluorometanosulfonato de hierro(II), trifluorometanosulfonato de hierro(III), trifluoroacetilacetato de hierro(III), cianuro de bis(o-fenantrolina)hierro(II), bis(hexafluoroacetilacetato)-(N,N,N',N'-tetrametiletildiamina)hierro(II), ácido etilendiamintetraacético, sal de hierro(III) y sodio, sal disódica de ácido dietilentriaminopentaacético y hierro(III), bis(acetamidinato de N,N'-di-t-butil)hierro(II), 2-etilhexanoato de hierro, nftenato de hierro(III), tris(2,2,6,6-tetrametil-3,5-heptanodionato)hierro(III) y mezclas de los mismos.

De forma particularmente preferente, la al menos una sal o complejo de hierro se selecciona entre el grupo que consiste en sales de Fe(III), en particular se selecciona entre el grupo que consiste en  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 + 9 \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ,  $\text{Fe}(\text{acetilacetato})_3$ ,  $\text{FeCl}_3 + 6 \text{H}_2\text{O}$  y mezclas de los mismos.

En general la al menos una sal o complejo de hierro se puede usar en cualquier cantidad que sea adecuada. Preferentemente, el catalizador está presente en una cantidad de 0,1 a 50  $\mu\text{moles}$  de hierro, preferentemente de 1 a 40  $\mu\text{moles}$  de hierro, de forma particularmente preferente de 5 a 20  $\mu\text{moles}$  de hierro, en cada caso por mol de 2-mercaptoetanol.

Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, en el que el catalizador está presente en una cantidad de 0,1 a 50  $\mu\text{moles}$  de hierro, preferentemente de 1 a 40  $\mu\text{moles}$  de hierro, de forma particularmente preferente de 5 a 20  $\mu\text{moles}$  de hierro, en cada caso por mol de 2-mercaptoetanol.

La reacción de acuerdo con la presente invención se realiza adicionalmente en presencia de al menos una amina terciaria.

En general, en el proceso de acuerdo con la presente invención se puede usar cualquiera amina terciaria que sea conocida por el experto en la materia. De acuerdo con la presente invención, la al menos una amina terciaria actúa como un cocatalizador básico.

De acuerdo con una realización preferente de la presente invención, la al menos una amina terciaria contiene tres radicales alquilo sin ramificar o ramificados, idénticos o diferentes que tienen de 1 a 20 átomos de carbono en cada caso, en la que los átomos de carbono individuales también se pueden sustituir, independientemente entre sí, por un heteroátomo seleccionado entre el grupo que consiste en N u O y dos o tres radicales también se pueden unir entre sí para formar una cadena que comprende al menos cuatro átomos.

Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, en el que la al menos una amina terciaria contiene tres radicales alquilo sin ramificar o ramificados, idénticos o diferentes que tienen de 1 a 20 átomos de carbono en cada caso, en la que los átomos de carbono individuales también se pueden sustituir, independientemente entre sí, por un heteroátomo seleccionado entre el grupo que consiste en N u O y dos o tres radicales también se pueden unir entre sí para formar una cadena que comprende al menos cuatro átomos.

De acuerdo con una realización particularmente preferente del proceso de acuerdo con la presente invención, la al menos una amina terciaria se selecciona entre el grupo que consiste en trimetil amina, trietil amina, tripropil amina, triisopropil amina, etil diisopropil amina, tri-n-butil amina, tripentil amina, trihexil amina, triciclohexil amina, triisoamil amina, triocil amina, tris(2-etilhexil) amina, triestearil amina, trioleil amina, tridecil amina, dimetil estearil amina, N,N-dimetil bencil amina, N,N-dibutil bencil amina, N,N-dimetil anilina, N,N-dihexil anilina, N,N-dietil anilina, N,N-dimetiltoluidina, piridina, quinolina, picolina, 2,4-lutidina, 2,6-lutidina, trimetilpiridina, 2-metil-5-etilpiridina (colidina), N-metilpiperidina, N,N'-dimetilpiperazina, N-metil morfolina, N-metil pirrolidina, esparteína, tris(2-hidroxietil) amina,

5 tris(2-hidroxipropil) amina, metil di(2-hidroxietil) amina, (N,N-Dimetilaminopropil)-acetamida, octildietil amina, N-octil-N-hidroxietilmetilamina, N,N-didecilmetil amina, N-dodecil-N-tetradecilhidroxietilamina, N,N-ditetradecilmetilamina, N-tetradecildimetilamina, N-hexadecil-N-etilmetilamina, N-octadecil-N-eicosilmetilamina, N-docosildimetilamina, N-tetracosildimetilamina, trietilendiamina, tetrametil guanidina, DABCO, N,N,N',N',N"-Pentametildietilentriamina, N,N,N',N'-Tetraetil-1,3-propanodiamina, N,N,N',N'-Tetrametil-1,4-butanodiamina, N,N,N',N'-Tetrametil-2-buten-1,4-diamina, N,N,N',N'-Tetrametil-1,6-hexanodiamina, 1,4,8,11-Tetrametil-1,4,8,11-tetraazacicotetradecano, 1,3,5-Trimetilhexahidro-1,3,5-triazina, DBU, DBN y mezclas de los mismos.

10 Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, en el que la al menos una amina terciaria se selecciona entre el grupo que consiste en trimetil amina, trietil amina, tripropil amina, triisopropil amina, etil diisopropil amina, tri-n-butil amina, tripentil amina, trihexil amina, triciclohexil amina, triisooamil amina, triocil amina, tris(2-etilhexil) amina, triestearil amina, trioleil amina, tridecil amina, dimetil estearil amina, N,N-dimetil bencil amina, N,N-dibutil bencil amina, N,N-dimetil anilina, N,N-dihexil anilina, N,N-dietil anilina, N,N-dimetiltoluidina, piridina, quinolina, picolina, 2,4-lutidina, 2,6-lutidina, trimetilpiridina, 2-metil-5-etilpiridina (colidina), N-metilpiperidina, N,N'-dimetilpiperazina, N-metil morfolina, N-metil pirrolidina, esparteína, tris(2-hidroxietil) amina, tris(2-hidroxipropil) amina, metil di(2-hidroxietil) amina, (N,N-Dimetilaminopropil)-acetamida, octildietil amina, N-octil-N-hidroxietilmetilamina, N,N-didecilmetil amina, N-dodecil-N-tetradecilhidroxietilamina, N,N-ditetradecilmetilamina, N-tetradecildimetilamina, N-hexadecil-N-etilmetilamina, N-octadecil-N-eicosilmetilamina, N-docosildimetilamina, N-tetracosildimetilamina, trietilendiamina, tetrametil guanidina, DABCO, N,N,N',N',N"-Pentametildietilentriamina, N,N,N',N'-Tetraetil-1,3-propanodiamina, N,N,N',N'-Tetrametil-1,4-butanodiamina, N,N,N',N'-Tetrametil-2-buten-1,4-diamina, N,N,N',N'-Tetrametil-1,6-hexanodiamina, 1,4,8,11-Tetrametil-1,4,8,11-tetraazacicotetradecano, 1,3,5-Trimetilhexahidro-1,3,5-triazina, DBU, DBN y mezclas de los mismos.

Más preferentemente, la al menos una amina terciaria es tri-n-butil-amina.

En general, la al menos una amina terciaria se puede añadir en cualquier cantidad a la mezcla de reacción de acuerdo con la presente invención, siempre y cuando proporcione ventajas al proceso.

25 De acuerdo con una realización preferente del proceso de acuerdo con la presente invención la al menos una amina terciaria se añade en una cantidad de un 0,01 a un 10 % en moles, preferentemente de un 0,05 a un 5 % en moles, de forma particularmente preferente de un 0,07 a un 3 % en moles, en cada caso basándose en la cantidad de 2-mercaptoetanol.

30 En general, el proceso de acuerdo con la presente invención se puede realizar a cualquier temperatura adecuada, preferentemente el proceso de acuerdo con la presente invención se realiza a una temperatura de 0 a 100 °C, más preferentemente de 10 a 80 °C, de forma particularmente preferente de 20 a 60 °C.

Por lo tanto la presente invención se refiere preferentemente al proceso de acuerdo con la presente invención, que se realiza a una temperatura de 0 a 100 °C más preferentemente de 10 a 80 °C, de forma particularmente preferente de 20 a 60 °C.

35 El proceso de acuerdo con la presente invención se puede realizar de forma continua o discontinua.

El proceso de acuerdo con la presente invención se puede realizar en cualquier aparato conocido por el experto en la materia y que sea adecuado para realizar una reacción entre un líquido y un gas, tal como un reactor de tanque agitado, una columna de burbujeo o un reactor de circuito de chorro.

40 El producto deseado que se obtiene a partir del proceso de acuerdo con la presente invención se puede tratar, en particular purificar, de acuerdo con cualquier método conocido por el experto en la materia, tal como extracción, destilación, etc. De acuerdo con una realización preferente del proceso de acuerdo con la presente invención, el producto obtenido a partir del proceso no se tiene que tratar, en particular purificar, pero se puede usar directamente después de su preparación.

45 El proceso de acuerdo con la presente invención da lugar a disulfuro de bis-(2-hidroxietilo) que tiene características muy específicas, en comparación con el disulfuro de bis-(2-hidroxietilo) que se puede obtener con otros procesos tales como bajo contenido de agua y esta libre de metales tóxicos. Por ejemplo, el disulfuro de bis-(2-hidroxietilo) que se puede obtener con el proceso de acuerdo con la presente invención tiene preferentemente un bajo contenido de agua de menos de un 15 % en peso.

50 Basándose en las propiedades ventajosas, el disulfuro de bis-(2-hidroxietilo) que se puede obtener, preferentemente que se obtiene, con el proceso de acuerdo con la presente invención se puede usar como compuesto intermedio en la fabricación de compuestos químicos, tales como aditivos lubricantes y en la recuperación de aceite terciario.

En general el experto en la materia conoce la expresión "recuperación Terciaria de Petróleo" que es una expresión genérica para técnicas para aumentar la cantidad de petróleo crudo que se puede extraer de una explotación petrolífera.

5 La recuperación terciaria de petróleo se puede realizar mediante la inyección de diversos agentes químicos, normalmente en forma de soluciones diluidas. Estos agentes químicos se usan para ayudar a en la movilidad y la reducción de la tensión superficial. De acuerdo con la presente invención el disulfuro de bis-(2-hidroxietilo) se inyecta para disminuir la tensión interfacial o presión capilar que impide que las gotitas de petróleo se muevan a través de un depósito. De acuerdo con una realización preferente, el disulfuro de bis-(2-hidroxietilo) se inyecta en varios pozos y la producción se produce en otros pozos cercanos.

10 **Ejemplos**

**Ejemplos 1 a 7 (de acuerdo con la presente invención)**

Un autoclave de 270 ml se carga con 2-mercaptoetanol (1,43 moles), tri-n-butilamina (0,15 % en moles) y la respectiva sal de hierro ( $6,5 \times 10^{-6}$  moles de Fe por mol de 2-mercaptoetanol) y se calienta a 40 °C en una atmósfera de aire constante (1,5 MPa) (15 bares)). Después de 24 horas, la mezcla de reacción se analiza por RMN <sup>1</sup>H.

15 Ejemplo 8 (comparativo):

La reacción se realiza de acuerdo con los ejemplos 1 a 7 de acuerdo con la presente invención, pero sin tri-n-butil amina.

Los resultados de los ejemplos 1 a 7 y 8 se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 1:

Ejemplo	Sal de Fe(III)	Rendimiento (%)
1	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 9 H <sub>2</sub> O	91
2	Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	93
3	Fe(acetilacetato) <sub>3</sub>	95
4	FeCl <sub>3</sub> + 6 H <sub>2</sub> O	95
5	FeCl <sub>3</sub> + 6 H <sub>2</sub> O <sup>1)</sup>	98
6	FeCl <sub>3</sub> + 6 H <sub>2</sub> O <sup>2)</sup>	99
7	FeCl <sub>3</sub> + 6 H <sub>2</sub> O <sup>3)</sup>	98
8 (comparativo)	FeCl <sub>3</sub> + 6 H <sub>2</sub> O	< 10 %
1) $1,3 \times 10^{-5}$ moles de Fe por mol de 2-mercaptoetanol y un 0,15 % en moles de n-tributilamina 2) 3 MPa (30 bares) 3) 3 MPa (30 bares), 16 horas		

20

**Ejemplo 9 (comparativo, de acuerdo con el documento DE 10323839 B3):**

Un autoclave de 270 ml se carga con 2-mercaptoetanol (1,43 moles), tri-n-butilamina (0,15 % en moles) y MnSO<sub>4</sub> ( $6,5 \times 10^{-6}$  moles de Mn por mol de 2-mercaptoetanol) y se calienta a 40 °C en una atmósfera de aire constante (1,5 MPa) (15 bares)). Después de 24 horas, se observa un rendimiento de un 97 % por RMN <sup>1</sup>H.

25

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la preparación de disulfuro de bis-(2-hidroxietilo) por oxidación de 2-mercaptoetanol con oxígeno en una mezcla de reacción que comprende al menos una sal o complejo que comprende hierro distribuido de forma homogénea como catalizador y al menos una amina terciaria.
- 5 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la al menos una sal o complejo de hierro se selecciona entre sales o complejos de hierro orgánicos o inorgánicos.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que la al menos una sal de hierro comprende hierro en el estado de oxidación +2 y/o +3.
4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la al menos una sal o complejo de hierro, que contiene opcionalmente al menos un ligando neutro, tal como agua, se selecciona entre el grupo que consiste en óxido de hierro(II), óxido de hierro(III), óxido de hierro(II, III), sulfuro de hierro(II), disulfuro de hierro(II), sulfuro de hierro(II, III), fosfato de litio y hierro(II), óxido de litio y hierro(III), fosfuro de hierro(II), fosfuro de hierro(III), pirofosfato de hierro(III), fosfato de hierro(III), ionóforo IV de hierro(III), molibdato de hierro(II), hexacianoferrato(II) de amonio y hierro(III), ferrocianuro de hierro(III), cloruro de 5,10,15,20-tetraquis(pentafluorofenil)-21H,23H-porfirina y hierro(III), cloruro de 5,10,15,20-tetraquis(4-metoxifenil)-21H,23H-porfirina y hierro(III), acetato de 2,3,7,8,12,13,17,18-octaetil-21h,23h-porfirina y hierro(III), cloruro de de 2,3,7,8,12,13,17,18-octaetil-21H,23H-porfirina y hierro(III), complejo de acetil-ciclopentadienil-hierro(II) carbonil trifenilfosfina, hexafluoroantimonato de [N,N'-Bis(2-piridilmetil)]-2,2'-bipirrolidinabis(acetonitrilo)hierro(II), titanato de hierro(II), siliciuro de hierro(II), ionóforo VI de hierro(III), bis(ciclopentadienil)hierro(II), ciclopentadienil(formilciclopentadienil)hierro(II), (boronociclopentadienil)ciclopentadienil hierro(II), tetrafluoroborato de bis(ciclopentadienil)hierro(III), ciclopentadienil[(hidroximetil)ciclopentadienil]hierro(II), bis(acetilciclopentadienil)hierro(II), bis(metilciclopentadienil)hierro(II), bis(etilciclopentadienil)hierro(II), bis(i-propilciclopentadienil)hierro(II), dicloro-bis[o-fenilenbis(difenilfosfina)]hierro(II), yoduro de ciclopentadienilhierro(II) y dicarbonilo, bis(pentametilciclopentadienil)hierro(II), bis(tetrametilciclopentadienil)hierro(II), ciclopentadienildicarbonil(tetrahidrofurano)hierro(II), tetrafluoroborato de tricarbonil(ciclooctatetraeno)hierro(II), dímero de ciclopentadienil hierro(II) y dicarbonilo, hexafluorofosfato de ciclopentadienil(floureno)hierro(II), sal de hierro(II) de ácido (nicotinamidometil)fosfónico, hexafluorofosfato de tricarbonil(2-metoxiciclohexadienilio)hierro(II), tetrafluoroborato de tricarbonil(4-metoxi-1-metilciclohexadienilio)hierro(II), meso-tetra(4-N-metilpiridil)porfirinahierro(III), 4-dimetilaminopiridinil(pentafenilciclopentadienil)hierro(II), 4-pirrolidinopiridinil(pentametilciclopentadienil)hierro(II), cloruro de 2,6-bis-[1-(2,6-diisopropilfenilimino)etil]piridina y hierro(II), ácido (aminometil)-fosfónico, sal de hierro(II), bis[(1E)-N-(aminocarbotoil)etanolhidrazonoil]hierro(II), bis[(1E)-N-(anilincarbotoil)etanolhidrazonoil]hierro(II), bis[(E)-(aminocarbotoil)hidrazono](fenil)metil]hierro(II), i-propóxido de hierro(III), acetato de hierro(II), oxoacetato perclorato de hierro(III), citrato de amonio y hierro(III), acetilacetato de hierro(II), acetilacetato de hierro(III), bromuro de hierro(II), bromuro de hierro(III), cloruro de hierro(II), cloruro de hierro(III), arseniuro de hierro(II), arseniuro de hierro(III), citrato de hierro(III), complejo de hierro(II) ftalocianina bis(piridina), sulfato de etilendiamonio y hierro(II), oxalato de hierro(II), oxalato de hierro(III), oxalato de amonio y hierro(III), fluoruro de hierro(II), fluoruro de hierro(III), fumarato de hierro(II), gluconato de hierro(II), yoduro de hierro(II), yoduro de hierro(III), lactato de hierro(II), nitrato de hierro(III), ftalocianina de hierro(II), ácido ftalocianina de hierro(III)-4,4',4'',4'''-tetrasulfónico, cloruro de ftalocianina de hierro(III), perclorato de hierro(II), perclorato de hierro(III), sulfato de hierro(II), sulfato de hierro(III), sulfato de amonio y hierro(II), sulfato de amonio y hierro(III), fosfato de hierro(II), fosfato de hierro(III), tartrato de hierro(III), (+)-ascorbato de hierro(II), estearato de hierro(II), sulfamato de hierro(II), tetrafluoroborato de hierro(II), tetraetilamonio tetraclorohierro(III), tris(dibenzoilmetanato)hierro(III), sulfato de tris(etilendiamina)hierro(II), p-toluenosulfonato de hierro(III), trifluorometanosulfonato de hierro(II), trifluorometanosulfonato de hierro(III), trifluoroacetilacetato de hierro(III), cianuro de bis(o-fenantrolina)hierro(II), bis(hexafluoroacetilacetato)-(N,N,N',N'-tetrametiletildiamina)hierro(II), ácido etilendiamintetraacético, sal de hierro(III) y sodio, sal disódica de ácido dietilentriaminpentaacético y hierro(III), bis(acetamidinato de N,N'-di-t-butil)hierro(II), 2-etilhexanoato de hierro, nftenato de hierro(III), tris(2,2,6,6-tetrametil-3,5-heptanodionato)hierro(III) y mezclas de los mismos.
5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el catalizador está presente en una cantidad de 0,1 a 50  $\mu$ moles de hierro por mol de 2-mercaptoetanol.
6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la al menos una amina terciaria contiene tres radicales alquilo sin ramificar o ramificados, idénticos o diferentes que tienen de 1 a 20 átomos de carbono en cada caso, en la que los átomos de carbono individuales también se pueden sustituir, independientemente entre sí, por un heteroátomo seleccionado entre el grupo que consiste en N u O y dos o tres radicales también se pueden unir entre sí para formar una cadena que comprende al menos cuatro átomos.
7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la al menos una amina terciaria se selecciona entre el grupo que consiste en trimetil amina, trietil amina, tripropil amina, triisopropil amina, etil diisopropil amina, tri-n-butil amina, tripentil amina, trihexil amina, triciclohexil amina, trisoamil amina, trioctil amina, tris(2-

- etilhexil) amina, triestearil amina, trioleil amina, tridecil amina, dimetil estearil amina, N,N-dimetil bencil amina, N,N-dibutil bencil amina, N,N-dimetil anilina, N,N-dihexil anilina, N,N-dietil anilina, N,N-dimetiltoluidina, piridina, quinolina, picolina, 2,4-lutidina, 2,6-lutidina, trimetilpiridina, 2-metil-5-etilpiridina (colidina), N-metilpiperidina, N,N'-dimetilpiperazina, N-metil morfolina, N-metil pirrolidina, esparteína, tris(2-hidroxietil) amina, tris(2-hidroxipropil) amina, metil di(2-hidroxietil) amina, (N,N-dimetilaminopropil)-acetamida, octildietil amina, N-octil-N-hidroxietilmetilamina, N,N-didecilmetil amina, N-dodecil-N-tetradecilhidroxietilamina, N,N-ditetradecilmetilamina, N-tetradecilmetilamina, N-hexadecil-N-etilmetilamina, N-octadecil-N-eicosilmetilamina, N-docosildimetilamina, N-tetracosildimetilamina, trietilendiamina, tetrametil guanidina, DABCO, N,N,N,N',N'-pentametildietilentriamina, N,N,N,N-tetraetil-1,3-propanodiamina, N,N,N,N-tetrametil-1,4-butanodiamina, N,N,N,N-tetrametil-2-buten-1,4-diamina, N,N,N,N-tetrametil-1,6-hexanodiamina, 1,4,8,11-tetrametil-1,4,8,11-tetraazaciclotetradecano, 1,3,5-trimetilhexahidro-1,3,5-triazina, DBU, DBN y mezclas de los mismos.
- 5
- 10
8. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la mezcla de reacción comprende 2-mercaptoetanol, disulfuro de bis-(2-hidroxietilo), al menos una amina terciaria, al menos una sal o complejo que comprende hierro y oxígeno.
- 15
9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la mezcla de reacción consiste en 2-mercaptoetanol, disulfuro de bis-(2-hidroxietilo), al menos una amina terciaria, al menos una sal o complejo que comprende hierro, agua, oxígeno y opcionalmente componentes adicionales.
10. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en las que este se realiza a una temperatura de 0 a 100 °C.
- 20
11. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en las que este se realiza a una presión parcial de oxígeno de 20 a 2000 kPa (de 0,2 a 20 bares) (a).