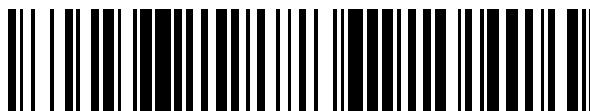


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 711 618**

51 Int. Cl.:

C07C 319/28 (2006.01)

C07C 321/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.09.2011 PCT/FR2011/052285**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.04.2012 WO12042184**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.09.2011 E 11779768 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.12.2018 EP 2621896**

54 Título: **Procedimiento de preparación de disulfuro de metilo**

30 Prioridad:

30.09.2010 FR 1057904

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

06.05.2019

73 Titular/es:

**ARKEMA FRANCE (100.0%)
420, rue d'Estienne d'Orves
92700 Colombes, FR**

72 Inventor/es:

**FREMY, GEORGES y
RAYMOND, JEAN-MICHEL**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 711 618 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

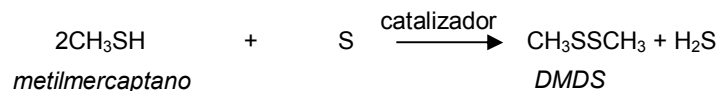
Procedimiento de preparación de disulfuro de metilo

La presente invención se refiere al sector de los disulfuros y polisulfuros orgánicos (denominados en lo que sigue "sulfuros orgánicos") y más particularmente al del disulfuro de dimetilo (o dimetildisulfuro o DMDS) y especialmente a su procedimiento de preparación.

Los sulfuros orgánicos son ampliamente utilizados en sectores muy numerosos de la industria química y especialmente petroquímica. Particularmente, el disulfuro de dimetilo se utiliza como agente de sulfuración de catalizadores de hidrotreatmento de cargas petrolíferas, como aditivo de carga para el craqueo por vapor, por no citar más que algunas de las utilizaciones posibles de este compuesto.

En relación a otros productos utilizados en estas aplicaciones, como por ejemplo los di-*tercio*-alquilpolisulfuros comerciales, los sulfuros orgánicos y particularmente el DMDS presentan numerosas ventajas, especialmente un elevado contenido de azufre (68 %) y productos de degradación no coquizantes (CH₄, H₂S en el caso del DMDS). Además, en estas aplicaciones el DMDS conduce a resultados generalmente superiores a otros productos comerciales y habitualmente utilizados, por ejemplo, los di-*tercio*-alquilpolisulfuros.

Entre los métodos conocidos para las síntesis de los sulfuros orgánicos, un método particularmente eficaz y económico es la oxidación de los alquilmercaptanos por el azufre, por ejemplo, para la síntesis de DMDS, la oxidación por el azufre del metilmercaptano según la reacción siguiente:

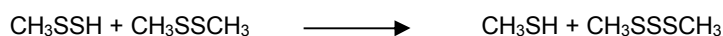


Esta oxidación de los alquilmercaptanos por el azufre, catalizada por agentes básicos orgánicos o inorgánicos, homogéneos o heterogéneos, de forma continua o discontinua, va acompañada de un desprendimiento de hidrógeno sulfurado, así como de dialquilpolisulfuros (por ejemplo, polisulfuros de dimetilo CH₃S_xCH₃ en el caso de la síntesis de DMDS) con rango de azufre x superior a 2.

Para fabricar el DMDS según este procedimiento de oxidación por el azufre con elevados rendimientos y una producción limitada de DMPS (dimetilpolisulfuros con rango superior a 2), la patente EP 0 446 109 describe un procedimiento de preparación que comprende dos zonas de reacción interrumpidas por una zona de desgasificación intermedia y seguidas por una zona de destilación para eliminar los subproductos indeseables.

Aunque superior en términos de rendimiento y selectividad de DMDS, resulta que este procedimiento conduce a un producto acabado que comprende una cantidad no despreciable de hidrodisulfuro de metilo (CH₃SSH). Esta cantidad varía generalmente entre aproximadamente 200 ppm y aproximadamente 800 ppm, particularmente cuando se buscan productividades elevadas en DMDS.

El resultado de esta impureza, que se puede considerar como un intermediario de reacción, es una lenta descomposición en el tiempo en metilmercaptano y en dimetiltrisulfuro, por reacción con el dimetildisulfuro según la reacción siguiente:



La inestabilidad del hidrodisulfuro de metilo (CH₃SSH, n° CAS: 6251-26-9) se menciona además en la literatura por H. Bohme et G. Zinner, en "Justus Liebigs Annalen der Chemie", 585, (1954), 142-9, en donde el hidrodisulfuro de metilo CH₃SSH se descompone a la temperatura ambiente, reaccionando consigo mismo, para dar el dimetiltrisulfuro y H₂S según la reacción:



En el caso de la síntesis del DMDS por oxidación por el azufre, las muy bajas concentraciones de CH₃SSH no permiten que este producto reaccione consigo mismo, y la reacción con el producto mayoritariamente presente en el medio, el DMDS, está extremadamente favorecida.

El aumento del contenido de metilmercaptano en el DMDS hace que la síntesis de DMDS descrita en la patente EP 0 976 726 sea poco rentable, en razón de las impurezas volátiles del DMDS (trazas de metilmercaptano y trazas de sulfuro de dimetilo (DMS)) que son eliminadas en una etapa suplementaria de destilación.

Efectivamente, estas impurezas confieren al DMDS un olor muy desagradable y agresivo, que se considera como una molestia importante durante la manipulación de este producto por los usuarios.

No obstante, el DMDS obtenido, desembarazado de las impurezas volátiles, contiene todavía trazas de CH₃SSH. Además, la simple eliminación por destilación de las impurezas conduce a pérdidas importantes de rendimiento en DMDS. Efectivamente, el CH₃SSH es mucho menos volátil que el metilmercaptano y el DMS, y presenta un punto de

ebullición de 108°C muy próximo al del DMDS (punto de ebullición comprendido entre 107°C y 110°C a presión ambiente). Estos productos (DMDS y CH₃SSH) son muy difícilmente separables.

Por lo tanto, la presente invención tiene, por objetivo principal proponer un procedimiento que permita reducir, incluso eliminar en muy gran parte, hasta totalmente, la impureza CH₃SSH en la síntesis del DMDS.

5 La presente invención tiene igualmente por objeto un procedimiento de eliminación de la impureza sin pérdida significativa de rendimiento en DMDS.

De manera sorprendente, se ha encontrado ahora que la velocidad de descomposición de CH₃SSH en presencia de DMDS correspondiente se puede aumentar mucho haciendo pasar sobre un catalizador básico un bruto de reacción que mayoritariamente contiene dicho DMDS.

10 En lo que sigue de la presente descripción, por bruto de reacción que mayoritariamente contiene DMDS se entiende un medio de reacción en el cual se realizó, por catálisis básica, la oxidación por el azufre del metilmercaptano.

El bruto de reacción es un bruto de reacción del cual se separó el sulfuro de hidrógeno (stripping) y del cual se separó igualmente el metilmercaptano que no había reaccionado (por destilación).

15 El bruto de reacción es un bruto de reacción del cual no sólo se separaron el sulfuro de hidrógeno y el metilmercaptano residual, sino también los polisulfuros ("pesados"), así como eventualmente las trazas de alquilmercaptano y sulfuro de alquilo, por ejemplo, por destilación.

Así, y según un primero aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de disulfuro de dimetilo, comprendiendo dicho procedimiento al menos las etapas siguientes:

20 a) oxidación por el azufre de metilmercaptano, por catálisis básica, para obtener un primer bruto de reacción que mayoritariamente contiene correspondientemente disulfuro de dimetilo;

b) "stripping" del H₂S formado;

c) destilación del metilmercaptano residual;

d) separación de los productos pesados (polisulfuros);

e) "descabezado" final que permite eliminar las últimas trazas de los compuestos volátiles;

25 f) puesta en contacto del flujo de salida de la etapa d), o de salida de la etapa e) con un catalizador básico que permite la eliminación del hidrodисуlfuro de metilo por conversión de dicho hidrodисуlfuro de metilo en sulfuro o polisulfuros de dimetilo;

g) recuperación del disulfuro de dimetilo con pequeño contenido de hidrodисуlfuro de metilo.

30 Por pequeño contenido de hidrodисуlfuro de metilo, se entiende un contenido generalmente inferior a 50 ppm en peso, preferentemente inferior a 10 ppm en peso, más preferentemente inferior a 5 ppm en peso.

35 La etapa a) del procedimiento de oxidación del metilmercaptano por el azufre, descrito anteriormente, se lleva de manera clásica y conocida por el experto en la materia. Esta etapa se describe, por ejemplo, en la solicitud de patente EP 0 976 726. La etapa a), por ejemplo, se puede llevar en caliente y a presión, por ejemplo, entre 20°C y 100°C, a 2 a 15 bar, típicamente, por ejemplo, a aproximadamente 70°C, a aproximadamente 6 bar en el caso de la oxidación del metilmercaptano por el azufre.

40 Las etapas b), c), d) y e) se entienden como etapas de purificación, es decir de eliminación al menos parcial e idealmente total, de los subproductos no deseables presentes en el bruto de reacción obtenido, procedente de la etapa a). Más precisamente, cada una de las etapas b), c), d) y e) corresponde respectivamente a la eliminación de H₂S, del metilmercaptano (reactivo de partida), de los productos pesados y de trazas de los compuestos volátiles, respectivamente.

Cada una de estas etapas denominadas de "purificación" d) y e) se pueden llevar a cabo según cualquiera de los métodos conocidos por el experto en la materia, tales como "stripping", destilación, decantación, y otros.

45 En cuanto a la etapa f) de eliminación del hidrodисуlfuro de metilo, en sulfuro o polisulfuros de dimetilo, corresponde a una reacción química ulterior y separada, realizada en presencia de un catalizador básico, y que se efectúa después de la etapa d).

Así, y según un modo de realización muy particularmente preferido, la etapa f) de conversión por catálisis básica se efectúa justo antes de la etapa e) del descabezado final.

50 Para la síntesis de disulfuro de dimetilo, la etapa f) de catálisis básica se efectúa ventajosamente después de la etapa d) de separación de los productos pesados, es decir después de la columna 6 de destilación de los productos pesados y antes de la última columna 7 de destilación descrita en la figura 2 de la solicitud de patente EP 0 976 726.

Así, el procedimiento según la invención está adaptado muy particularmente a la síntesis de disulfuro de dimetilo, sin pérdida de rendimiento, con eliminación de la impureza hidrosulfuro de metilo. La eliminación del hidrosulfuro se realiza por medio de al menos una catálisis básica.

5 El catalizador básico puede ser de cualquier tipo conocido por el experto en la materia. Dicho catalizador básico es preferentemente heterogéneo en relación al medio de reacción, de manera para facilitar su separación ulterior. Así, el catalizador básico se puede elegir, por ejemplo, de entre las resinas intercambiadoras de aniones tal como el Amberlyst® A21 de Rohm & Haas, los catalizadores básicos en forma de amina libre, las alúminas dopadas con óxido de sodio y/o óxido de potasio, el óxido de magnesio (MgO), y otros. Preferentemente, el catalizador básico es una resina intercambiadora de aniones.

10 La reacción de catálisis básica del bruto de reacción se realiza en una etapa separada y ulterior a la síntesis por oxidación por el azufre. Dicho de otro modo, el bruto de reacción, ventajosamente después de haber sido sometido a una o varias purificaciones tales como las expuestas a continuación, se lleva a una nueva etapa que consiste en una catálisis básica que permite eliminar la impureza hidrosulfuro de metilo, sin pérdida significativa de rendimiento en disulfuro de dimetilo.

15 Efectivamente, los inventores han descubierto de manera sorprendente que se puede acelerar mucho la velocidad de descomposición del hidrosulfuro de metilo en presencia de disulfuro de dimetilo, en una reacción ulterior y separada de catálisis básica.

20 Según un modo de realización preferido, el catalizador básico utilizado para reducir el contenido de hidrosulfuro de metilo del bruto de reacción que mayoritariamente comprende disulfuro de metilo, es del mismo tipo, incluso es idéntico al catalizador básico utilizado para la reacción de oxidación del metilmercaptano por el azufre para conducir a dicho bruto de reacción que mayoritariamente comprende disulfuro de dimetilo.

25 Otra ventaja ligada al procedimiento según la presente invención es que permite aumentar la producción industrial de disulfuro de dimetilo. Efectivamente, en los procedimientos clásicamente utilizados hoy en día, por ejemplo, como se describe en la solicitud de patente EP 0 976 726, el operador trata de minimizar la formación de hidrosulfuro orgánico responsable, por autodegradación como se indicó anteriormente, de los malos olores de dichos disulfuros de dimetilo. Un medio para limitar la formación de hidrosulfuro consiste en ralentizar la reacción de oxidación del metilmercaptano por el azufre limitando la velocidad de introducción de dicho alquilmercaptano en la reacción de oxidación.

30 Gracias al procedimiento de la presente invención, que consiste en añadir al procedimiento convencional una etapa de catálisis básica del bruto de reacción que permite la conversión del hidrosulfuro de metilo, es ahora posible aumentar la velocidad de introducción del metilmercaptano de partida en aproximadamente 30% a 100%. Esto permite aumentar considerablemente la productividad global de la síntesis industrial de disulfuro de dimetilo.

35 Por ejemplo, en el caso de la síntesis de disulfuro de dimetilo, el caudal inicial de metilmercaptano se puede aumentar de aproximadamente 950 g/h (en el procedimiento clásico, sin catalizador básico para la conversión del hidrosulfuro de metilo) hasta aproximadamente 1500 g/h con la etapa suplementaria de catálisis básica del bruto de reacción según la presente invención.

40 Dicho de otro modo, en relación a una síntesis sin reactor catalítico de "afinamiento", se observó un aumento de la productividad por m³ de catalizador (de la reacción principal de oxidación por el azufre) de aproximadamente 2.000 kg/h/m³ de catalizador a aproximadamente 3.000 kg/h/m³ de catalizador (de la reacción principal de oxidación por el azufre).

La figura 1 adjunta es un esquema que representa una instalación industrial de purificación del bruto de reacción de síntesis de disulfuro de dimetilo, tal como se describe en la solicitud de patente EP 0 976 726.

45 Una columna de desgasificación 1 sirve para eliminar completamente, por vía del conducto 20, el H₂S disuelto en el bruto de reacción que sale del reactor por vía del conducto R. Una columna de destilación 2 permite separar la mayor parte del metilmercaptano en exceso con objeto de su reciclaje por el conducto 22 a la reacción de oxidación.

A la salida de la columna 2, la mezcla se lleva por el conducto 23 a la segunda columna de destilación 3 en la cual los polisulfuros de dimetilo se eliminan en el fondo de la columna por el conducto 24 para ser reciclados eventualmente a la reacción de oxidación.

50 El disulfuro de dimetilo recogido en la cabeza de la columna 3 se introduce por el conducto 25 en una tercera columna de destilación 4 en la cual las impurezas volátiles, tales como el metilmercaptano y sulfuro de dimetilo se eliminan en la cabeza de la columna por el conducto 26. El disulfuro de dimetilo se recoge en el fondo de la columna por el conducto 27.

55 La figura 2 anexa es un esquema similar al representado en la figura 1, además con el reactor C de catálisis básica según la presente invención. En la figura 2, que representa un modo de realización preferido de la presente invención, el reactor C que permite la catálisis básica está dispuesto entre la columna 3 y la columna 4, es decir después de la etapa d) de separación de los productos pesados y antes de la etapa e) de descabezado final.

La presente invención se ilustra ahora con los ejemplos siguientes, que no presentan ningún carácter limitativo de la invención tal como se reivindica en las reivindicaciones anexas.

En estos ejemplos, la velocidad de paso por el catalizador básico de conversión del hidrosulfuro de metilo, que se denominará velocidad volúmica horaria (VVH), se expresa en h^{-1} y es igual a la relación entre el caudal volúmico horario de reactivo y el volumen de dicho catalizador básico de conversión.

Ejemplo 1: Síntesis del DMDS según EP 0 976 726 en condiciones de productividades más elevadas, y sin catalizador básico de conversión (ejemplo comparativo)

a) Equipo de aparatos:

La figura 1 anexa es un esquema de la instalación utilizada, en la cual un bruto de reacción procede de la reacción de oxidación de metilmercaptano por el azufre (como se describe en la solicitud de patente EP 0 976 726).

Una columna de desgasificación 1 sirve para eliminar completamente, por vía del conducto 20, el H_2S disuelto en el bruto de reacción que sale del reactor por vía del conducto R. Una columna de destilación 2 permite separar la mayor parte del metilmercaptano en exceso con objeto de su reciclaje por el conducto 22 a la reacción de oxidación.

La columna 3 permite separar los polisulfuros de dimetilo residuales (DMPS) con objeto de su reciclaje al reactor de oxidación por el conducto 24.

b) Modo operativo:

El metilmercaptano (MM) se introduce en el reactor en estado líquido a presión con un caudal de 1440 g/h. El azufre líquido (S) se introduce con un caudal 240 g/h en un primer reactor (relación molar MM/S = 4).

El reactor de oxidación (volumen de reacción de 300 ml) contiene 20 g de resina Amberlyst® A21 seca. La presión operativa se mantiene a 5,5 bar relativos y la temperatura a 40°C. La mezcla de reacción a la salida de este primer reactor se envía entonces a un desgasificador para ser tratado.

Después del tratamiento, la mezcla desembarazada del H_2S se envía a un segundo reactor que contiene una carga de 94 g de resina de Amberlyst® A21 seca. La presión en este segundo reactor es de 5,5 bar relativos y la temperatura de 50°C. A la salida del reactor, la mezcla se introduce entonces en un desgasificador para la eliminación del H_2S :

A la salida de la columna de desgasificación 1, la mezcla se introduce en la primera columna de destilación 2 por el conducto 21 para eliminar la casi totalidad del metilmercaptano en exceso. Este metilmercaptano puede ser reciclado por el conducto 22 a la introducción de los reactivos en la reacción de oxidación. A la salida de la columna 2, la mezcla se lleva por el conducto 23 a la segunda columna de destilación 3 en la cual se eliminan los DMDS en el fondo de la columna por el conducto 24 para ser reciclados eventualmente a la reacción de oxidación.

El DMDS recogido en la cabeza de la columna 3 por el conducto 25 se introduce en una tercera columna de destilación 4, en la cual se eliminan las impurezas volátiles tales como el metilmercaptano y el sulfuro de dimetilo en la cabeza de la columna por el conducto 26. El DMDS recogido en el fondo de la columna por el conducto 27 tiene la composición ponderal siguiente (todos los valores se expresan en peso):

- DMDS:	99,9 %
- DMTS:	334 ppm
- CH_3SSH	377 ppm
- MM:	32 ppm
-DMS:	<2 (límite de detección)

Este ensayo muestra la presencia de CH_3SSH en el producto acabado cuando se realiza la síntesis del DMDS en condiciones de productividad más elevada que en la solicitud de patente EP 0 976 726 (caudales de los reactivos y temperatura del reactor de oxidación más elevados).

Ejemplo 2: conforme a la presente invención

Sea el bruto de DMDS anterior del ejemplo 1, que contiene 377 ppm en peso de CH_3SSH . Estos 377 ppm pueden proporcionar en el tiempo 226 ppm de CH_3SH en el producto final.

Este DMDS se envía sobre un lecho de resina básica Amberlyst® A21 de Rohm & Haas, que se lavó previamente con metanol y se secó para eliminar el agua contenida en esta resina (5 g de resina seca o bien 14,3 ml), a razón de 180 g/h (171 ml/h lo que conduce a una VVH de 12 h^{-1}) durante 2h y a una temperatura de 40°C. El CH_3SSH ya no es detectable por cromatografía gaseosa (límite de detección 2 ppm en peso) a la salida del reactor tubular que contiene la resina.

Ejemplo 3:

Sea otro bruto de DMDS que contiene esta vez 428 ppm en peso de CH₃SSH (estas 428 ppm pueden proporcionar en el tiempo 257 ppm de CH₃SH en el producto final).

5 Este DMDS se envía sobre un lecho de resina básica Amberlyst® A21 de Rohm & Haas, previamente secado (5 g de o bien 14,3 ml), a razón de 530 g/h (505 ml/h, o bien una VVH de 35 h⁻¹) durante 2 horas y a una temperatura de 40°C. El CH₃SSH ya no es detectable por cromatografía gaseosa (límite de detección aproximadamente 2 ppm en peso) a la salida del reactor tubular que contiene la resina.

Ejemplo 4:

10 Sea un bruto de DMDS que contiene 219 ppm en peso de CH₃SSH (estas 219 ppm pueden proporcionar en el tiempo 131 ppm de CH₃SH en el producto final).

Este DMDS se envía sobre un lecho de resina básica Amberlyst® A21 de Rohm & Haas, previamente secada (5 g o bien 14,3 ml), a razón de 1.000 g/h (952 ml/h, o bien una VVH de 67 h⁻¹) durante 2 horas y a continuación a 2.000 g/h (1904 ml/h o bien una VVH de 133 h⁻¹) durante 2 horas igualmente a una temperatura de 40°C.

15 En estos 2 caudales, el CH₃SSH ya no es detectable por cromatografía gaseosa (límite de detección aproximadamente 2 ppm en peso) a la salida del reactor tubular que contiene la resina.

Ejemplo 5:

Sea un bruto de DMDS que contiene 239 ppm en peso de CH₃SSH (estas 239 ppm pueden proporcionar en el tiempo 140 ppm de CH₃SH en el producto final).

20 Este DMDS se envía sobre un lecho de resina básica Amberlyst® A21 de Rohm & Haas, previamente secada (5 g o bien 14,3 ml), a razón de 2.000 g/h (1904 ml/h, o bien una VVH de 133 h⁻¹) durante 2 horas y a una temperatura de 20°C.

El CH₃SSH ya no es detectable por cromatografía gaseosa (límite de detección aproximadamente 2 ppm en peso) a la salida del reactor tubular que contiene la resina.

25 El DMDS utilizado en este ejemplo, que contiene inicialmente 441 ppm de trisulfuro de dimetilo (DMTS), después de pasar sobre la resina contiene 809 ppm, o bien un aumento de 368 ppm. Este valor de 368 está muy cerca del máximo teórico, que es de 376 ppm(valor que se obtiene considerando que cada mol de CH₃SSH ha dado un mol de DMTS).

En estos 2 caudales, el CH₃SSH ya no es detectable por cromatografía gaseosa (límite de detección aproximadamente 2 ppm en peso) a la salida del reactor tubular que contiene la resina.

Ejemplo 5:

30 Sea un bruto de DMDS que contiene 239 ppm en peso de CH₃SSH (estas 239 ppm pueden proporcionar en el tiempo 140 ppm de CH₃SH en el producto final).

35 Este DMDS se envía sobre un lecho de resina básica Amberlyst® A21 de Rohm & Haas, previamente secada (5 g o bien 14,3 ml), a razón de 2.000 g/h (1904 ml/h, o bien una VVH de 133 h⁻¹) durante 2 horas y a una temperatura de 20°C.

El CH₃SSH ya no es detectable por cromatografía gaseosa (límite de detección aproximadamente 2 ppm en peso) a la salida del reactor tubular que contiene la resina.

40 El DMDS utilizado en este ejemplo, que contiene inicialmente 441 ppm de trisulfuro de dimetilo (DMTS), después de pasar sobre la resina contiene 809 ppm, o bien un aumento de 368 ppm. Este valor de 368 está muy cerca del máximo teórico, que es de 376 ppm(valor que se obtiene considerando que cada mol de CH₃SSH ha dado un mol de DMTS).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de disulfuro de dimetilo, que comprende al menos las etapas siguientes:

a) oxidación por el azufre de metilmercaptano, por catálisis básica, para obtener un primer bruto de reacción que mayoritariamente contiene disulfuro de dimetilo;

5 b) "stripping" del H₂S formado;

c) destilación del metilmercaptano residual;

d) separación de los productos pesados (polisulfuros);

e) descabezado final que permite eliminar las últimas trazas de los compuestos volátiles;

10 f) puesta en contacto del flujo de salida de la etapa d) con un catalizador básico que permite la eliminación del hidrodисуlfuro de metilo por conversión de dicho hidrodисуlfuro de metilo en sulfuro o polisulfuros de dimetilo;

g) recuperación del disulfuro de dimetilo con contenido de hidrodисуlfuro de metilo inferior a 50 ppm en peso.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual la etapa f) de eliminación del hidrodисуlfuro de metilo, en sulfuro o polisulfuros de dimetilo en presencia de un catalizador básico, se efectúa después de la etapa d).

15 3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual el catalizador básico es un catalizador heterogéneo en relación al medio de reacción.

4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual el catalizador básico se selecciona de entre las resinas intercambiadoras de aniones, los catalizadores básicos en forma de amina libre, las alúminas dopadas con óxido de sodio y/o óxido de potasio, el óxido de magnesio (MgO), y otros, preferentemente el catalizador básico es una resina intercambiadora de iones.

20

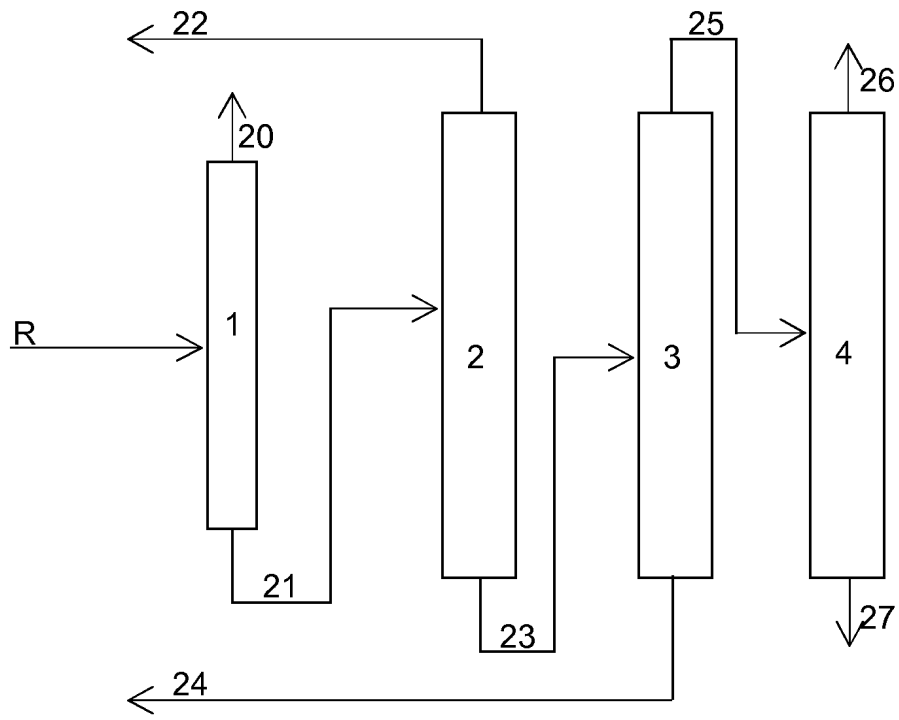


Figura 1

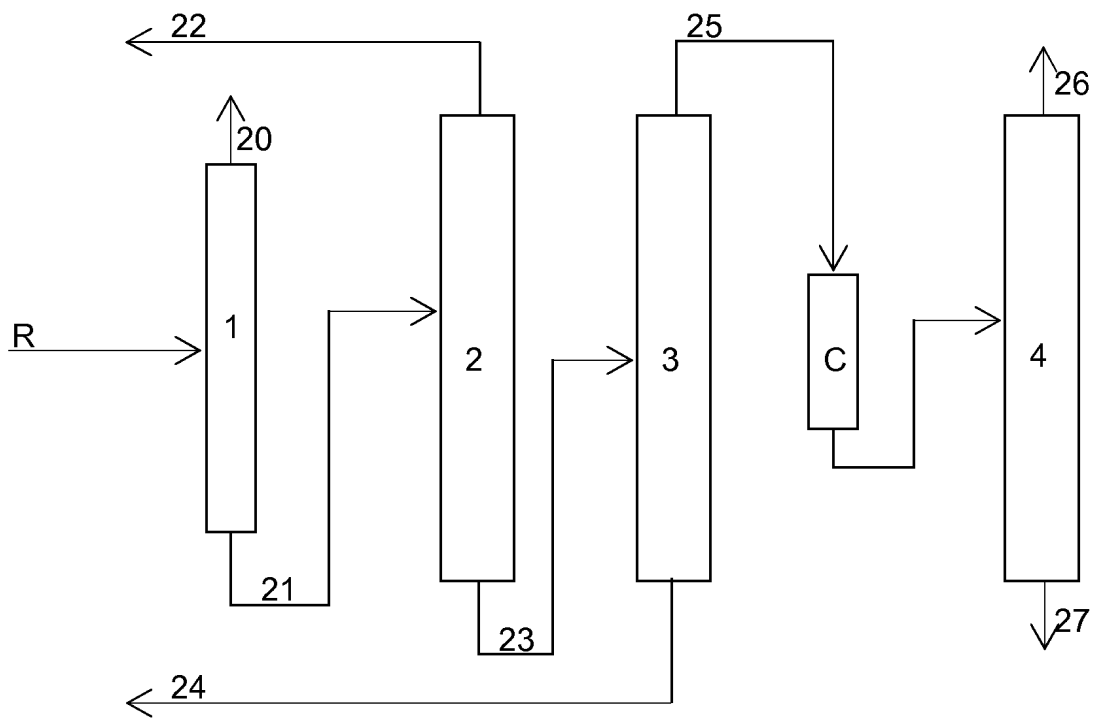


Figura 2