



Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
 Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

(12) PATENTSCHRIFT A5

(11)

645 598

<p>(21) Gesuchsnummer: 6251/80</p> <p>(22) Anmeldungsdatum: 19.08.1980</p> <p>(30) Priorität(en): 20.08.1979 US 067666</p> <p>(24) Patent erteilt: 15.10.1984</p> <p>(45) Patentschrift veröffentlicht: 15.10.1984</p>	<p>(73) Inhaber: Ihara Chemical Industry Co., Ltd., Taitoh-ku/Tokyo (JP)</p> <p>(72) Erfinder: Takahashi, Nobuo, Ihara-gun/Shizuoka-ken (JP) Shimizu, Masamichi, Abiko-shi/Chiba-ken (JP) Hirao, Kazushige, Hamamatsu-shi/Shizuoka-ken (JP) Matsui, Sadayoshi, Shimizu-shi/Shizuoka-ken (JP) Ogawa, Shigeru, Setagaya-ku/Tokyo (JP)</p> <p>(74) Vertreter: Patentanwälte W.F. Schaad, V. Balass, E.E. Sandmeier, Zürich</p>
--	---

(54) Verfahren zur Herstellung von Carbonylsulfid.

(57) Carbonylsulfid erhält man mit verbesserter Reinheit durch ein Verfahren, bei dem Kohlenmonoxyd durch geschmolzenen Schwefel geperlt wird, der auf einer Temperatur zwischen 300 und 440°C gehalten wird. Das so erzeugte gasförmige Gemisch wird dann bei einer Temperatur gehalten, welche oberhalb 510°C, jedoch nicht höher als 650°C liegt. Dabei setzt sich Kohlenmonoxyd mit Schwefel zu reinem Carbonylsulfid (Kohlenoxysulfid) um.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung von Carbonylsulfid, bei dem man in der Gasphase Kohlenmonoxyd mit Schwefel umsetzt, dadurch gekennzeichnet, dass man Kohlenmonoxyd durch geschmolzenen Schwefel perlen lässt, den man bei einer Temperatur zwischen 300 und 440 °C hält, und dass man das so gebildete gasförmige Gemisch bei einer Temperatur oberhalb 510 °C, jedoch nicht höher 650 °C hält.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man den geschmolzenen Schwefel bei einer Temperatur zwischen 330 und 410 °C hält.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Molverhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd, welche in der Gasphase nebeneinander vorliegen, im Bereich von 1,0/1 bis 6,0/1 liegt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man den geschmolzenen Schwefel bei einer Temperatur zwischen 350 und 380 °C hält.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Molverhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd, welche beide in der Gasphase vorliegen, im Bereich von 1,4/1 bis 3,0/1 liegt.

6. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass man das Kohlenmonoxyd durch den geschmolzenen Schwefel hindurchleitet, indem man Kohlenmonoxyd mit einer Mengengeschwindigkeit von 0,1 bis 10 Nm³/h pro m² Reaktorquerschnitt und mit einem Überdruck von 1 cmH₂O bis 100 cmH₂O in die Schwefelschmelze an einer Stelle einbläst, die 5 mm bis 50 cm unterhalb der freien Oberfläche der Schmelze liegt, und dass man die Strömungsgeschwindigkeit des Kohlenmonoxyds, den Blasdruck und die Einleitungsstelle des Kohlenmonoxyds in die Schwefelschmelze so wählt, dass letztere in der Nähe der freien Oberfläche in Turbulenz derart versetzt wird, dass geschmolzener Schwefel in Form feiner Teilchen versprüht wird.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das Gasgemisch bei einer Temperatur zwischen 530 und 600 °C hält.

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das Gasgemisch zwischen einer Sekunde und fünf Minuten auf der genannten Reaktionstemperatur hält.

9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Umsetzung von Schwefel mit Kohlenmonoxyd in einem Reaktor vornimmt, dessen Wandungen aus Titan oder titanreichen Legierungen bestehen oder dessen Innenwandung mit Titan oder solchen titanreichen Legierungen ausgekleidet ist.

10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man anschliessend das gasförmige Reaktionsprodukt unter Abscheidung von nicht umgesetztem Schwefel abkühlt und den kondensierten Schwefel mit Wasser zurückgewinnt.

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von Carbonylsulfid, welches als Rohstoff zur Herstellung von Schädlingsbekämpfungsmitteln, Pharmazeutika und anderen Chemikalien wertvoll ist, indem man Kohlenmonoxyd mit Schwefel in der Gasphase umsetzt.

Es wurden bisher schon viele Vorschläge gemacht, um Carbonylsulfid mit hoher Reinheit und verbesserten Ausbeuten zu erzeugen. Allen diesen Vorschlägen ist gemeinsam, dass nach Ausführung der Dampfphasenreaktion von Schwefel mit Kohlenmonoxyd bei erhöhten Temperaturen,

beispielsweise oberhalb 510 °C, sich das gebildete Carbonylsulfid thermisch zersetzt und in Kohlendioxyd und Schwefelkohlenstoff zerfällt; dies ist unvermeidlich, und die Dampfphasenreaktion von Schwefel mit Kohlenmonoxyd sollte daher bei Temperaturen nicht oberhalb 510 °C und so niedrig wie praktisch möglich vorgenommen werden. Beispielsweise schlägt die DE-AS 1 222 024 ein Verfahren zur Herstellung von hochreinem Carbonylsulfid vor, bei dem man Kohlenmonoxyd mit Schwefel in der Dampfphase in Abwesenheit eines Katalysators bei einer Temperatur zwischen 350 und 510 °C umsetzt.

Weiterhin sind mehrere Verfahren bekannt geworden, bei denen man die Dampfphasenreaktion von Kohlenmonoxyd mit Schwefel in Anwesenheit eines Katalysators bei mässigen Temperaturen vornimmt, beispielsweise in Gegenwart eines Aluminosilikates bei einer Temperatur zwischen 500 und 900 °F, d. h. zwischen 260 und 483 °C (US-PS 2 983 580); in Gegenwart eines Metallsulfids, ausgewählt aus Na₂S, K₂S, NiS, CrS, CoS, WS und SnS, und zwar bei einer Temperatur zwischen 250 und 450 °C (US-PS 3 764 661); und in Gegenwart einer Verbindung eines Erdalkalimetalles bei einer Temperatur zwischen 250 und 450 °C, US-PS 4 078 045.

Das oben erwähnte Verfahren, bei dem man die Dampfphasenreaktion in Abwesenheit eines Katalysators bei einer Temperatur zwischen 350 und 510 °C ausführt, hat jedoch den Nachteil, dass die Reaktionsgeschwindigkeit zunächst so gering ist, dass man lange Zeiten zur Vervollständigung der Reaktion benötigt und daher einen relativ sehr grossen Reaktor benötigt, und dass zweitens das Reaktionsprodukt eine wesentliche Menge an nicht umgesetztem Kohlenmonoxyd enthält.

Die oben erwähnten Verfahren, bei denen die Dampfphasenreaktion in Anwesenheit eines Katalysators ausgeführt wird, haben den Vorteil, dass sich ein Reaktionsprodukt mit hoher Reinheit bei einer relativ niedrigen Reaktionstemperatur und in einer relativ kurzen Reaktionszeit bildet. Die Verfahren sind jedoch nicht vollständig zufriedenstellend, weil nämlich erstens der Katalysator vor seiner Verwendung vollständig entwässert werden muss, weil anwesendes Wasser zu einer Nebenreaktion führt, indem gebildetes Carbonylsulfid in Schwefelwasserstoff und Kohlendioxyd zerlegt wird. Zweitens hat der Schwefel die Neigung, sich auf dem Katalysator abzulagern, wodurch dessen Wirksamkeit zurückgeht und sich ein Katalysatorbett relativ schnell verstopft. Drittens haben die üblichen Katalysatoren ausserdem nur eine relativ kurze Lebensdauer.

Es wurde nun gefunden, dass man Carbonylsulfid mit hoher Reinheit selbst bei einer Temperatur erzeugen kann, die 510 °C übersteigt, wobei in Abwesenheit eines Katalysators gearbeitet wird, in dem man ein gasförmiges Gemisch aus Kohlenmonoxyd und Schwefel erzeugt, wobei man Kohlenmonoxyd durch geschmolzenen Schwefel perlen lässt, der bei einer Temperatur zwischen 300 und 440 °C gehalten wird. Es war ausserordentlich überraschend, dass eine thermische Zersetzung von gebildetem Carbonylsulfid nur in einem vernachlässigbaren Ausmass stattfindet, obwohl das erfindungsgemäss erzeugte gasförmige Gemisch aus Kohlenmonoxyd und Schwefel bei einer Temperatur umgesetzt und gehalten wird, die in der Reaktionszone 510 °C übersteigt.

Nach dem erfindungsgemässen Verfahren lässt man Kohlenmonoxyd durch geschmolzenen Schwefel perlen, der bei einer Temperatur zwischen 300 und 440 °C gehalten wird, und das so erzeugte gasförmige Gemisch hält man bei einer Temperatur, die 510 °C übersteigt, jedoch nicht höher als 650 °C liegt.

Man erzeugt ein gasförmiges Gemisch aus Kohlenmonoxyd und Schwefel, welches dann in eine Reaktionszone ge-

leitet wird, indem man Kohlenmonoxyd durch geschmolzenen Schwefel perlen lässt. Dieser geschmolzene Schwefel wird bei einer Temperatur zwischen 300 und 440 °C gehalten. Lässt man Kohlenmonoxyd durch die Schwefelschmelze perlen, so wird geschmolzener Schwefel von den Gasblasen des Kohlenmonoxyds mitgerissen, wodurch die Verdampfung des Schwefels beschleunigt wird und sich die gewünschte gasförmige Mischung bildet. Diese besteht aus Schwefel, welcher von den Gasblasen des Kohlenmonoxyds mitgerissen und verdampft wird, aus Schwefel, der von der freien Oberfläche der Schwefelschmelze abdampft, aus Kohlenmonoxyd sowie Carbonylsulfid, welches sich beim Durchperlen des Kohlenmonoxyds bereits gebildet hat. Beträgt die Temperatur der Schwefelschmelze weniger als 300 °C, so ist die verdampfte Schwefelmenge zu gering. Bei einer Temperatur jedoch, welche 440 °C übersteigt, verdampft zuviel Schwefel (der Siedepunkt des Schwefels beträgt 444,6 °C), und dann wird es zu teuer, nicht umgesetzten Schwefel aus den gasförmigen Reaktionsprodukten, die vom Reaktor abströmen, zurückzugewinnen. Die Temperatur des geschmolzenen Schwefels liegt vorzugsweise zwischen 330 und 410 °C, insbesondere zwischen 350 und 380 °C.

Die verdampfte Schwefelmenge ändert sich je nach der Menge des Kohlenmonoxyds, welches man in die Schwefelschmelze hineinbläst, und der Temperatur dieser Schwefelschmelze. Insbesondere ist die verdampfte Schwefelmenge der Menge an Kohlenmonoxyd etwa proportional, welche man in den geschmolzenen Schwefel einbläst. Demgemäss kann man das Verhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd im erzeugten gasförmigen Gemisch im wesentlichen konstant halten, auch wenn sich dies durch Strömung des Kohlenmonoxyds volumenmässig ändert, welches in den geschmolzenen Schwefel eingblasen wird, und man kann das Verhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd dadurch verändern, indem man die Temperatur des geschmolzenen Schwefels ändert.

Das Molverhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd sollte mindestens angenähert 1,0 betragen. Unter dem Ausdruck «Molverhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd», welcher ganz streng genommen hier nicht vollständig zutrifft, versteht man im vorliegenden Fall das Verhältnis aus der Anzahl der Schwefelatome zur Anzahl der Kohlenmonoxydmoleküle. Wenn dieses Molverhältnis unter dem oben angegebenen Wert liegt, so enthält das aus dem Reaktor abströmende gasförmige Reaktionsprodukt eine merkliche Menge an unumgesetzten Kohlenmonoxyd, wodurch die Reinheit des erzeugten Carbonylsulfids zurückgeht. Man erhält das Molverhältnis von mindestens angenähert 1,0, indem man den geschmolzenen Schwefel bei einer Temperatur von mindestens 300 °C hält. Das Molverhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd liegt vorzugsweise im Bereich von 1,0 bis 6,0, insbesondere im Bereich von 1,4 bis 3,0, und diese Bereiche erhält man mit Temperaturen des geschmolzenen Schwefels von 300 bis 410° bzw. 350 bis 380 °C. Das optimale Molverhältnis hat einen Wert von ungefähr 1,5, und diesen Wert erzielt man, wenn die Temperatur des geschmolzenen Schwefels etwa 360 °C beträgt.

Da die Menge an verdampften Schwefel ungefähr proportional der Menge an Kohlenmonoxyd ist, welches in den geschmolzenen Schwefel eingblasen wird, ist die Menge an Kohlenmonoxyd prinzipiell nicht begrenzt, wird aber in der Praxis vom zulässigen Durchsatz des verwendeten Reaktors abhängen. Die Strömungsgeschwindigkeit des Kohlenmonoxyds, sein Druck und die Stelle, an der das Kohlenmonoxyd in den geschmolzenen Schwefel eingblasen wird, sollten vorzugsweise so gewählt werden, dass der geschmolzene Schwefel in der Nähe seiner freien Oberfläche in Turbulenz versetzt wird, und dass geschmolzener Schwefel aus dieser

Oberfläche in Form von kleinen Teilchen versprüht wird. Daher kann man das Kohlenmonoxyd in den geschmolzenen Schwefel in einer geeigneten Tiefe einblasen, die von der Strömungsgeschwindigkeit und dem Druck des Kohlenmonoxyds abhängt und welche normalerweise 5 mm bis 50 cm unterhalb der freien Oberfläche des geschmolzenen Schwefels liegt. Ist die Eintrittsstelle des Kohlenmonoxyds zu nahe an der Oberfläche der Schmelze, so verdampft nicht die gewünschte Menge an Schwefel. Ist die Einblastiefe jedoch zu gross, so kann sich die gewünschte gasförmige Mischung nicht bilden, bis man den Einblasdruck stark erhöht. Üblicherweise bläst man Kohlenmonoxyd in einer Menge von 0,1 bis 10 Nm³/h pro m² Querschnittsfläche des Reaktors unter einem Druck von 1 cm bis 100 cmH₂O in den geschmolzenen Schwefel ein.

Nun wird das gasförmige Gemisch, welches man auf diese Weise erhält, bei einer Temperatur oberhalb 510° gehalten, jedoch nicht höher als 650 °C, und unter diesen Bedingungen reagieren Schwefel und Kohlenmonoxyd miteinander. Die Reaktionstemperatur liegt vorzugsweise im Bereich von 530° bis 600 °C. Bei einer Reaktionstemperatur von ungefähr 510 °C ist die Reaktionsgeschwindigkeit sehr gering. Bei einer Reaktionstemperatur oberhalb 650 °C erreicht jedoch die thermische Zersetzung des gebildeten Carbonylsulfids solche Werte, dass merkliche Mengen von Kohlendioxid und Schwefelkohlenstoff entstehen.

Die Reaktionszeit kann je nach der Höhe der Reaktionstemperatur verändert werden und liegt üblicherweise im Bereich von 1 Sekunde bis 5 Minuten. Vorzugsweise liegt die Reaktionszeit zwischen 3 Sekunden und zwanzig Sekunden. Reaktionszeiten von mehr als fünf Minuten begünstigen die thermische Zersetzung des gebildeten Carbonylsulfids. Die Gasphasenreaktion wird bei Atmosphärendruck oder bei Überdrücken ausgeführt. Eine Ausführung der Reaktion bei schwachem Überdruck, der sich automatisch einstellt, wenn man das Kohlenmonoxyd in den geschmolzenen Schwefel einbläst, ist besonders zweckmässig. Die Art und Konstruktion des verwendeten Reaktors ist nicht kritisch. Eine bevorzugte Ausführungsform besteht in einem vertikal stehenden zylindrischen Reaktor, an dessen Boden sich ein Behälter für geschmolzenen Schwefel befindet. Die Wandung des Reaktors kann aus einem nichtkorrodierenden Material bestehen oder damit ausgekleidet sein, beispielsweise Titan oder titanreiche Legierungen.

Das aus dem Reaktor abgezogene gasförmige Reaktionsprodukt enthält merkliche Mengen an Schwefeldämpfen. Diese gasförmigen Reaktionsprodukte können folgendermassen gereinigt werden. Das gasförmige Reaktionsprodukt wird vorzugsweise zunächst auf eine Temperatur zwischen 120 und 150 °C abgekühlt, wodurch sich eine wesentliche Menge des vorhandenen Schwefeldampfes kondensiert und sich auf diese Weise abtrennt. Das gasförmige Reaktionsprodukt, welches nur noch wenig Schwefel in Form eines Nebels enthält, wird nun in Berührung mit geschmolzenem Schwefel gebracht, der vorzugsweise bei einer Temperatur zwischen 120 und 150 °C gehalten wird, wodurch sich der Schwefelnebel praktisch vollständig vom gasförmigen Reaktionsprodukt abtrennt. Dann wird dieses gasförmige Reaktionsprodukt in eine Säule eingeleitet, welche mit korrosionsfreien Füllkörpern beschickt ist, um die letzten Spuren von Schwefel abzuscheiden. Das gasförmige Reaktionsprodukt kann, wenn gewünscht, in Berührung mit Wasser gebracht werden, um den übrigen Schwefel vollständig auszuwaschen.

Das gasförmige Reaktionsprodukt, welches keinen unumgesetzten Schwefel mehr enthält, besteht nun im Normalfall aus mindestens 97 Gew.-% Carbonylsulfid, weniger als 2 Gew.-% Kohlenmonoxyd, weniger als 0,2 Gew.-% Kohlen-

dioxyd und weniger als 0,2 Gew.-% Schwefelkohlenstoff. Gasförmige Reaktionsprodukte dieser Zusammensetzung können auf übliche Weise weiter gereinigt werden, wenn dies gewünscht wird.

Die Vorteile des erfindungsgemässen Verfahrens sollen wie folgt zusammengefasst werden. Zunächst erhält man Carbonylsulfid in guter Reinheit, obwohl die Dampfphasenreaktion bei einer höheren Temperatur ausgeführt wird verglichen mit bisher üblichen Verfahren. Vermischt man die erforderlichen Mengen an gasförmigem Schwefel und Kohlenmonoxyd miteinander und hält das so erzeugte gasförmige Gemisch bei einer Temperatur im Bereich der erfindungsgemässen Verfahrenstemperaturen, so ist das so erzeugte Carbonylsulfid bedeutend weniger rein. Dies beruht darauf, dass die thermische Zersetzung des erzeugten Carbonylsulfids im zweiten Falle bedeutend stärker ist. Dabei ist sehr überraschend, dass beim Durchleiten gasförmigen Kohlenmonoxyds durch geschmolzenen Schwefel und Aussetzen der so erzeugten gasförmigen Mischung auf die genannten Reaktionsbedingungen die thermische Zersetzung des Carbonylsulfids nur vernachlässigbar gering ist, wodurch Carbonylsulfid mit hoher Reinheit entsteht. Es wird angenommen, dass der im gasförmigen Gemisch vorhandene Schwefel beim erfindungsgemässen Verfahren in einer besonderen molekularen Konfiguration vorliegt, die nicht zur thermischen Zersetzung des Carbonylsulfids führt.

Zweitens ist das Verhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd im gasförmigen Gemisch nicht wesentlich veränderlich, selbst wenn die volumenmässige Strömungsgeschwindigkeit des Kohlenmonoxyds, welches man in den geschmolzenen Schwefel einbläst, schwankt. Daher kann man das Verhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd auf einfache Weise praktisch konstant halten. Weiterhin kann man das Verhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd auf einfache Weise regeln, indem man nur die Temperatur des geschmolzenen Schwefels ändert. Drittens ist die Reaktionsdauer stark verkürzt, und der Reaktor kann relativ klein ausgeführt werden. Viertens ist dieser Reaktor wegen des Fehlens eines Katalysators wenig kompliziert, und sowohl die Betriebskosten als auch die Anlagekosten sind gering. Fünftens wird der geschmolzene Schwefel bei einer Temperatur gehalten, die unterhalb seines Siedepunktes liegt, und auf diese Weise wird Energie gespart.

Die Erfindung soll nun in den folgenden Beispielen weiter erläutert werden.

Beispiel 1

Ein vertikal stehender zylindrischer Reaktor mit einem Innendurchmesser von 5 cm, hergestellt aus Titan und mit einem Behälter für geschmolzenen Schwefel am Boden versehen, wurde verwendet. In diesen geschmolzenen Schwefel wurde kontinuierlich Kohlenmonoxyd eingeblasen, und zwar an einer Stelle, die 3 cm unterhalb der freien Oberfläche der Schwefelschmelze lag; die Durchsatzmenge an Kohlenmonoxyd betrug 3 Mol/h und der Überdruck 0,2 kg/cm². Der geschmolzene Schwefel wurde ungefähr bei einer Tem-

peratur von 360 °C gehalten. Die Schwefelschmelze war in der Nähe der freien Oberfläche in turbulentem Zustand; die Oberfläche des geschmolzenen Schwefels war mit Blasen bedeckt, die sich aus dünnen Schwefelhäutchen gebildet hatten, und aus der so ausgebildeten Schwefeloberfläche wurden feine Tröpfchen von geschmolzenem Schwefel abgeschleudert. Das Molverhältnis von Schwefel zu Kohlenmonoxyd im gasförmigen Gemisch, welches aus den Blasen abströmte, betrug 1,5. Das gasförmige Gemisch wurde in der Reaktionszone oberhalb des Vorratsgefässes der Schwefelschmelze auf 575 °C gehalten, wodurch Schwefel und Kohlenmonoxyd miteinander reagierten. Die Reaktionszeit betrug ungefähr vier Sekunden. Das gasförmige Reaktionsprodukt wurde auf Zimmertemperatur abgekühlt, wodurch unumgesetzter Schwefel kondensierte und zurückgewonnen wurde. Das so gereinigte gasförmige Produkt hatte die in unten stehender Tabelle I angegebene Zusammensetzung.

Zum Zwecke eines Vergleiches wurden ein Strom von Kohlenmonoxyd und ein Strom von Schwefeldampf zusammengeführt und bei einer Temperatur von 420 °C mit einem Molverhältnis S : CO von 1,5 : 1 miteinander vermischt. Das so erhaltene gasförmige Gemisch wurde unter Bedingungen gehalten, die den oben angegebenen Bedingungen entsprechen, unter denen sich Kohlenmonoxyd mit Schwefel umsetzt. Das so gebildete gasförmige Reaktionsprodukt wurde wie oben angegeben von überschüssigem Schwefel gereinigt. Das erhaltene gasförmige Produkt hatte die in Tabelle I an zweiter Stelle stehende Zusammensetzung.

Tabelle I

Versuchsnummer	Zusammensetzung des gasförmigen Produktes in Gew.-%			
	COS	CO	CO ₂	CS ₂
1-1	97,5	1,9	0,35	0,25
1-2 (Vergleich)	32,3	8,5	30,2	29,0

Beispiel 2

Dieses Beispiel veranschaulicht den Einfluss der Temperatur des geschmolzenen Schwefels auf die Reinheit des erzeugten Carbonylsulfids.

Nach einer Arbeitsweise ähnlich derjenigen in Beispiel 1 wurde Kohlenmonoxyd mit einer Durchsatzmenge von 0,5 Mol/h durch geschmolzenen Schwefel hindurchgeleitet, der auf verschiedenen Temperaturen gehalten wurde, die in Tabelle II aufgeführt sind. Jedes gasförmige, so erhaltene Gemisch wurde bei einer Temperatur von 550 °C 8 Sekunden lang gehalten. Die jeweiligen gasförmigen Reaktionsprodukte wurden von unumgesetzten Schwefel auf die in Beispiel 1 gezeigte Art gereinigt. Die erhaltenen gasförmigen Produkte hatten die in Tabelle II gezeigten Zusammensetzungen.

Tabelle II

Versuchsnummer	Temperatur des geschmolzenen S °C	Molverhältnis S/CO im gasförmigen Gemisch	Zusammensetzung des gasförmigen Reaktionsproduktes (Gew.-%)			
			COS	CO	CO ₂	CS ₂
2-1 (Vergleich)	290	0,4	68,0	31,8	0,1	0,1
2-2	326	1,1	93,1	6,5	0,2	0,2
2-3	356	1,5	97,9	1,8	0,15	0,15
2-4	400	5,2	97,5	2,2	0,15	0,15

Beispiel 3

Dieses Beispiel veranschaulicht den Einfluss der Reaktionstemperatur auf die Reinheit des erzeugten Carbonylsulfids.

Nach einer Arbeitsweise, die derjenigen des Beispiels 1 ähnlich war, wurden gasförmige Gemische aus Schwefel und Kohlenmonoxyd hergestellt und die jeweiligen gasförmigen

Gemische bei verschiedenen Temperaturen gemäss Tabelle III gehalten, bei denen Schwefel und Kohlenmonoxyd miteinander reagierten. Die dann erzeugten gasförmigen Reaktionsprodukte wurden von nicht umgesetzten Schwefel nach einer Arbeitsweise ähnlich derjenigen gemäss Beispiel 1 gereinigt. Die erhaltenen gasförmigen Reaktionsprodukte hatten die in Tabelle III angegebenen Zusammensetzungen.

Tabelle III

Versuchsnummer	Reaktions- temperatur °C	Zusammensetzung des gas- förmigen Produktes (Gew.-%)			
		COS	CO	CO ₂	CS ₂
3-1 (Vergleich)	500	59,5	40,15	0,2	0,15
3-2	520	92,5	7,15	0,2	0,15
3-3	530	97,7	1,9	0,2	0,2
3-4	550	98,0	1,7	0,15	0,15
3-5	580	97,5	2,0	0,3	0,2
3-6	600	96,5	2,9	0,35	0,25
3-7	630	93,5	3,5	1,7	1,3
3-8	650	90,1	3,1	3,8	3,0
3-9 (Vergleich)	670	33,6	3,0	32,1	31,3