



1971

387882

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE	207
SUBCLASE	2

Núm. 387.882

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: THE LUBRIZOL CORPORATION

RESIDENCIA: P.O. Box 3057, Euclid Station, CLEVELAND

Ohio 44117 - USA.

ENUNCIADO: "UN METODO PARA PREPARAR Y AISLAR UN

ACIDO AMIDOALCANOSULFONICO"

Prioridad: Patente estadounidense n.º 8.392 del 3.2.70
 " " " 8.409 3.2.70 y
 " " " 97.050 10.12.70



387882

1 Esta invención se refiere a un nuevo método para
preparar composiciones de materia, y más particularmente a
un método mejorado para preparar y aislar un ácido amidoalca-
nosulfónico, que comprende poner en contacto los siguientes
5 reactivos: (A) un nitrilo, (B) una olefina que tiene menos
de 10 átomos de carbono y (C) ácido sulfúrico de por lo me-
nos una concentración de 90% aproximadamente, siendo estos
reactivos las únicas substancias reactivas presentes; permi-
tiendo que proceda la reacción entre los reactivos, hasta que
10 ha precipitado una cantidad substancial de dicho ácido ami-
doalcanosulfónico a partir de la mezcla de reacción; y recu-
perando el ácido aminoalcanosulfónico.

Los ácidos amidoalcanosulfónicos se sabe que son
(por ejemplo, de la patente norteamericana 3,235,549, disper-
15 santes de jabón de cal. Más aún, los ácidos acrilamídicos- y
metacrilamido-alcanosulfónicos y sus homólogos, pueden poli-
merizarse para formar homopolímeros y copolímeros útiles co-
mo se describe, por ejemplo, en las patentes norteamericanas
2,983,712 y 3,332,904 y en la patente francesa 1,536.863.

20 Los ácidos acrilamidoalcanosulfónicos son particularmente úti-
les para incrementar la afinidad de los polímeros de acril-
nitrilo por los colorantes básicos.

En la patente norteamericana 3,235,549 y en la pa-
tente británica 1,090,779, se describe un método para la pre-
25 paración de ácidos aminoalcanosulfónicos por una secuencia de
reacción de dos etapas, en la cual la primera etapa es la
reacción de una olefina, trióxido de azufre y un nitrilo, pa-
ra producir una 2-dioxi-1,2,5-oxatiazina o "anhídrido inter-
no". En cada una de estas patentes el trióxido de azufre es un
30 reactivo esencial, aunque este se emplea usualmente en la for-

387882



1 ma de una solución en un hidrocarburo clorado, un exceso de nitrilo u olefina, dióxido de azufre o ácido sulfúrico, o como un complejo con reactivos tales como piridina, dioxano, tioxano o un fosfato alquílico.

5 En la segunda etapa de este método de reacción, el "anhídrido interno" se hidroliza, por la adición de por lo menos una mol de agua por mol de "anhídrido interno". La hidrólisis es una etapa esencial en el método, puesto que requiere para convertir el "anhídrido interno" al ácido aminoalcanosulfónico deseado. Así, el método es problemático
10 puesto que precisa dos etapas. También es erróneo en el rendimiento del producto producido y más seriamente, este no se puede usar con confianza para producir ácidos acrilamidoalcanosulfónicos puesto que el acrilonitrilo, uno de los reactivos necesarios, tiende a polimerizarse en la presencia de
15 trióxido de azufre.

De acuerdo con las patentes norteamericanas 2,983,712 y 3,332,904, los ácidos acrilamidoalcanosulfónicos se producen por la reacción de un ácido aminoalcanosulfónico
20 con cloruro acrílico. Este método requiere materiales de partida que no son obtenibles fácilmente y produce sólo bajos rendimientos del producto deseado.

Una finalidad principal de la presente invención es por lo tanto, proveer un nuevo método para la preparación
25 y aislamiento de ácidos aminoalcanosulfónicos con buen rendimiento y con un mínimo de sub-productos.

Una finalidad adicional es preparar y aislar ácidos amidoalcanosulfónicos, por un método que requiere un mínimo de etapas de reacción y procesamiento.

30 Todavía otra finalidad es preparar y aislar ácidos

387882



1

5

10

15

20

25

30

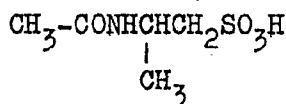
amidoalcanosulfónicos, particularmente ácidos acrilamidoalcanosulfónicos, por un procedimiento simple que produce un producto esencialmente puro en un rendimiento sumamente elevado.

Otras finalidades serán en parte obvias y en parte aparecerán más adelante.

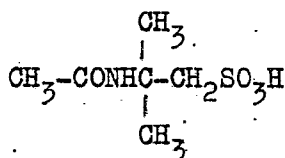
Como se estableció previamente, el método de esta invención se puede usar para la preparación de ácidos amidoalcanosulfónicos, en la cual los reactivos esenciales son un nitrilo, ácido sulfúrico y una olefina. Esta invención no depende de ninguna estructura particular del producto, pero generalmente se ha encontrado que dos átomos de carbono separan el grupo ácido-sulfónico del grupo amido.

Los siguientes son compuestos ilustrativos, que se pueden preparar por el método de esta invención:

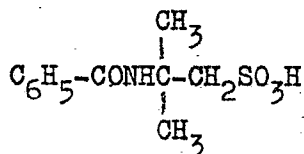
Acido 2-Acetamidopropanosulfónico



Acido 2-Acetamido-2-metilpropanosulfónico



Acido 2-Benzamido-2-metilpropanosulfónico



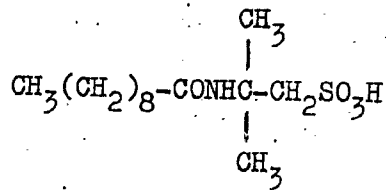
387882



12 AB

1

Acido 2-Decanamido-2-metilpropanosulfonico



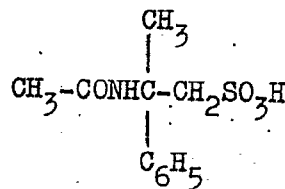
5

Acido 2-Acetamido-2-ciclopentiletanosulfonico



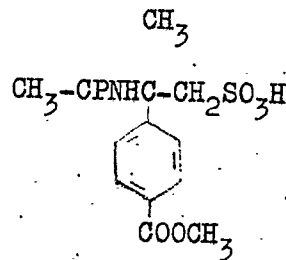
10

Acido 2-Acetamido-2-metil-2-feniletanosulfonico



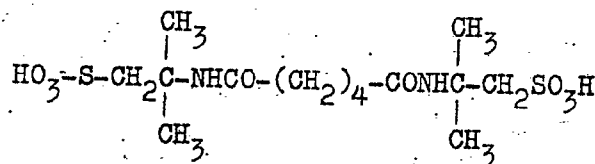
15

Acido 2-Acetamido-2-metil-2-(p-carbometoxifenil)etanosulfonico



20

N,N'-Bis[2-(2-metil-1-sulfopropil)]-hexanodiamido



25

30

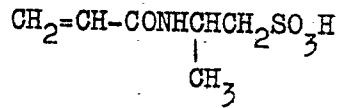
387882

12



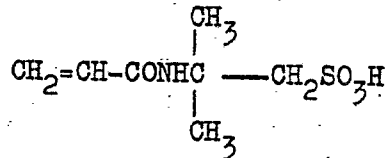
1

Acido 2-Acrilamidopropanosulfonico



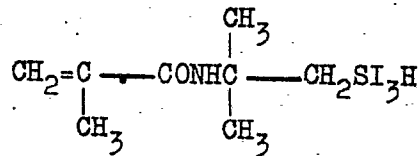
5

Acido 2-Acrilamido-2-metilpropanosulfonico



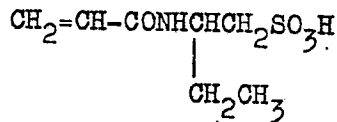
10

Acido 2-Metacrilamido-2-metilpropanosulfonico



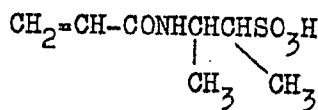
15

Acido 2-Acrilamidobutanosulfonico



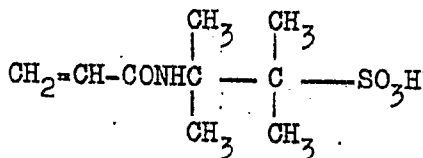
20

Acido 3-Acrilamidobutano-2-sulfonico



25

Acido 3-Acrilamido-2,3-dimetilbutano-2-sulfonico



30

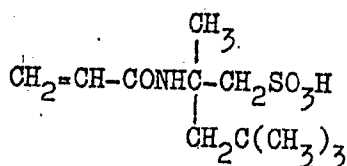
387882

12 AB



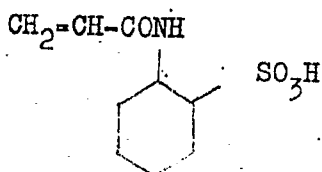
1

Acido 2-Acrilamido-2,4,4-trimetilpentanosulfonico



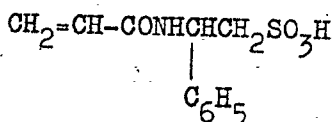
5

Acido 2-Acrilamidociclohexanosulfonico



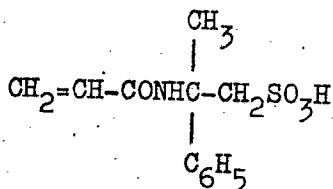
10

Acido 2-Acrilamido-2-feniletanosulfonico



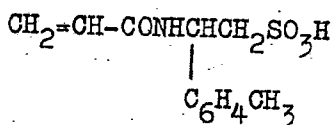
15

Acido 2-Acrilamido-2-fenilpropanosulfonico



20

Acido 2-Acrilamido-2-toliletanosulfonico



25

El reactivo A en el método de esta invención es un nitrilo, de preferencia un nitrilo de hidrocarburo; esto es, un nitrilo en el cual el grupo CN o grupos están unidos a un radical hidrocarburo.

30

El término "radical hidrocarburo", tal como se usa aquí, incluye radicales alifáticos, cicloalifáticos y aromá-

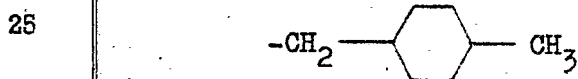
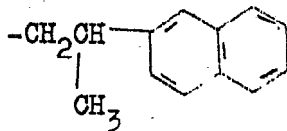
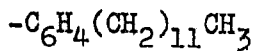


387882

1 ticos (incluyendo aromáticos substituídos con alifático y
cicloalifático y alifáticos y cicloalifáticos substituídos
con aromático).

5 Los siguientes son ejemplos ilustrativos de radica-
les hidrocarburo dentro del alcance de esta invención. Cuan-
do un radical determinado tiene varias formas isoméricas
(por ejemplo, butil), todas estas formas se incluyen.

- | | |
|------------|-------------------|
| Metilo | Tolilo |
| Etilo | Xililo |
| 10 Propilo | Bencilo |
| Butilo | Ciclohexilo |
| Hexilo | Ciclopentilo |
| Octilo | Metilciclopentilo |
| Decilo | Ciclopentadienilo |
| 15 Vinilo | Venilfenilo |
| Allilo | Isopropenilfenilo |
| Etilo | Cinnamilo |
| Propargilo | Naftilo |
| Fenilo | |



Muchas variaciones obvias de estos radicales, se-
rán evidentes para aquellos entendidos en la materia y están
incluídas dentro del alcance de la invención.

30 Usualmente, los nitrilos de hidrocarburo usados en

387882

12



1 el método de esta invención, son mononitrilos o dinitrilos
que tienen hasta 12 átomos de carbono aproximadamente. Se ex
presa una preferencia particular para mononitrilos alquili-
cos inferiores o alquenílicos (el término "inferior" denota
5 radicales que contienen hasta 7 átomos de carbono), tales
como, acetonitrilo, acrilonitrilo y metacrilonitrilo, espe-
cialmente los dos últimos.

El reactivo B, es una olefina que tiene menos de
10. átomos de carbono. Esta puede ser una olefina substituída
10 con arilo, tal como, estireno o alfa-metilestireno, pero
usualmente es alifática. Se prefieren el propeno y los bute-
nos, especialmente isobuteno. La limitación a olefinas que
contienen menos de 10 átomos de carbono está basada en un as-
pecto práctico; aunque se puede obtener, en algunos casos, un
15 ácido aminoalcanosulfónico a partir de una olefina superior,
por el método de esta invención, este será un producto menor
contaminado con grandes cantidades de sub-productos, tales
como, un sulfato de ácido imino derivado de la olefina usada
(el intermediario de la reacción de Ritter). Por lo tanto,
20 no se considera el uso de dichas olefinas superiores.

Las olefinas substituídas se consideran totalmente
equivalentes a las correspondientes insubstituídas, y su uso
es parte de esta invención, Por "substituída" se entiende
olefinas que contienen substituyentes que no alteran signifi-
25 cativamente sus características o reactividad. Son ejemplos:

Halogenuro (fluoruro, cloruro, bromuro, yoduro)

Hidroxi

Eter (especialmente alcosi inferior)

Carboxi

30

Ester (especialmente carbalcoxi inferior)



12

Aminoacilo (amida)

Amino

387882

Nitro

Ciano

Tioeter

Sulfoxi

Sulfona

Acido sulfónico (y derivados del mismo)

en general, más de tres de tales grupos substituyentes estarán presentes en la olefina.

El reactivo C es ácido sulfúrico, el cual deberá ser de por lo menos una concentración de 90% en alguna etapa de contacto entre los tres reactivos. Es de preferencia por lo menos de 98% y en forma más deseable de por lo menos 100%. (como se usan aquí, los valores de porcentaje dados para las concentraciones de ácido sulfúrico, si es menor de 100%, se refieren a la proporción de H_2SO_4 , en un sistema de H_2SO_4 -agua. Cuando el porcentaje es mayor de 100%, el exceso sobre el 100% es trióxido de azufre; esto es, "ácido sulfúrico fumante al 107%", o ácido sulfúrico al 107%, es una mezcla que consiste de 93% de H_2SO_4 y 7% de trióxido de azufre libre. La misma solución se conoce también como "oleum al 7%).

Al calcular la concentración de ácido sulfúrico, la cantidad de agua contenida en los otros reactivos se toma en consideración. Por ejemplo, un nitrilo obtenible comercialmente (por ejemplo, acrilonitrilo), que contiene algo de agua, se usa frecuentemente como reactivo A. Esta agua deberá tomarse en cuenta al calcular la concentración del ácido sulfúrico puesto que esta disminuirá naturalmente la concen-

387882



1 tración de trióxido de azufre libre del oleum o diluirá el ácido sulfúrico.

5 Como se apreciará de la amplia descripción del método de esta invención, dicho método implica poner en contacto los tres reactivos mencionados, en cierto momento dado durante el procedimiento de reacción. Es enteramente posible, para este propósito, emplear ácido sulfúrico más diluido que el 90% aproximadamente y para formar el ácido más concentrado en el lugar mismo, por deshidratación del mismo. Por ejemplo, se puede agregar a la mezcla de reacción un agente deshidratante, tal como, sulfato de calcio, sulfato de magnesio, sulfato de sodio, gel de sílice, cloruro de aluminio, trifluoruro de boro y sus compuestos de coordinación con éteres y similares, pentóxido de fósforo o ácido clorosulfónico. Será evidente, que la cantidad de tal agente deshidratante deberá ser suficiente para remover suficiente agua, para elevar la concentración efectiva de ácido sulfúrico a por lo menos 90% aproximadamente. Aún cuando la concentración inicial del ácido sea superior al 90%, se pueden agregar dichos agentes deshidratantes para elevar la concentración dentro de las relaciones preferidas aquí mencionadas.

15 Un segundo método para deshidratar el ácido sulfúrico más diluido, es empleando un exceso del reactivo A o de los reactivos A y B. Si se usa un exceso del reactivo A (el nitrilo), este exceso removerá agua del sistema por reacción con el mismo, para formar la correspondiente amida. Si se usan ambos reactivos A (el nitrilo) y B (la olefina) en exceso, tendrá lugar una reacción de Ritter y el intermediario formado por la misma, el sulfato de ácido imino, reaccionará con agua para formar la correspondiente alquilamida substituí

38¹²7882



12-ABR-4071

1 da, regenerando simultáneamente ácido sulfúrico. Aunque esto
disminuye naturalmente el rendimiento del ácido amidoalcano-
sulfónico obtenido, el rendimiento será todavía satisfacto-
riamente elevado, siempre y cuando la concentración del áci-
do sulfúrico de partida no sea menor del 70% aproximadamente.

5 Un tercer método para deshidratar ácido sulfúrico
más diluido es uno extremadamente directo, que consiste en
agregar trióxido de azufre al mismo. La adición de trióxido
de azufre se puede efectuar meramente pasando el trióxido de
10 azufre dentro de la mezcla de reacción que contiene el ácido
sulfúrico más diluido, sin embargo, de preferencia, el trió-
xido de azufre está presente desde el principio por el sim-
ple hecho de usar más ácido sulfúrico concentrado. Como se
mencionó previamente, la concentración deberá ser, en alguna
15 etapa del contacto entre los tres reactivos, de por lo menos
90% aproximadamente. Los elementos más elevados de ácido
acrilamidoalcanosulfónico, especialmente ácido 2-acrilamido-
propanosulfónico y ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfóni-
co, se obtienen cuando el reactivo C es ácido sulfúrico fu-
20 mante al 102-130% (oleum al 2-30%), de preferencia al 102-
110% aproximadamente en corridas en lote y al 108-125% en
corridas continuas, como se describe más adelante. Si la con-
centración de trióxido de azufre es más elevada de esto,
existe una tendencia hacia la decoloración del producto.

25 Las proporciones relativas del reactivo A a los
otros reactivos no es crítica. Se prefiere usar por lo menos
un equivalente del reactivo A, por equivalente del reactivo
B. (El término "equivalente", tal como se usa aquí, es un nú-
mero de parte por peso igual al peso equivalente del compues-
30 to, que es su peso molecular dividido por el número de sitios

387882



1971

1

5

10

15

20

25

30

reactivos en el mismo. Así, el peso equivalente de una mono-
olefina o mononitrilo, es igual a su peso molecular; el de
una diolefina o dinitrilo, es la mitad de su peso molecular
y etc.). Usualmente, se prefiere además que los reactivos men-
cionados previamente, sean las únicas sustancias presentes
en cantidades substanciales; esto es, las únicas presentes
excepto por las impurezas inevitables. En tales casos, es de-
seable usar un gran exceso de nitrilo (por ejemplo, un exce-
so 5:1 o 10:1 molar), por lo cual el exceso sirve como un di-
solvente para la reacción. Sin embargo, se encuentra también
dentro del alcance de esta invención, usar diluyentes iner-
tes, tales como, hidrocarburos clorados o éteres. Tales dilu-
yentes deben ser aquellos en los cuales el producto es inso-
luble, de manera que este se pueda precipitar. Ejemplos típi-
cos de diluyentes adecuados son: 1,2-dicloroetano, tetraclo-
ruro de carbono, éter dimetílico de glicol etilénico y éter
dimetílico de glicol dietilénico. Es crítico que el diluyen-
te sea inerte, de manera que este servirá meramente para pro-
mover el contacto reactivo y proporcione una mezcla de visco-
sidad adecuada. Algunos de los diluyentes se cree que promue-
ven la formación de otros productos; por ejemplo, la reacción
de acrilonitrilo con isobuteno en ciertos medios, se informa
que rinde el intermediario de la reacción de Ritter, sulfato
de ácido butil-t-iminoalílico. Tales diluyentes no son ade-
cuados en el método de esta invención.

Como se describió previamente, el método de esta
invención requiere primero poner en contacto meramente los
tres reactivos. En las incorporaciones preferidas del méto-
do, que producen el ácido amidoalcanosulfónico en el rendi-
miento y pureza más elevados, se mezclan los reactivos A y C

- 14 -
387882



1971

1 no más tarde después del momento de adición del reactivo B.
Así, se previene que el reactivo B se ponga en contacto con
el reactivo C solo. Con este propósito, todos los tres reac-
tivos se pueden introducir dentro del sistema de reacción si
5 multáneamente, o los reactivos A y C se pueden mezclar pre-
viamente y agregarse el reactivo B subsecuentemente. Depen-
diendo de la eficiencia del equipo de reacción, el tiempo de
mezclado de los reactivos A y C puede ser tan poco como de un
segundo o un minuto, cuando dicho tiempo de mezclado es defi-
nitivamente necesario. Sin embargo, este puede ser más prolon-
10 gado en algunos casos.

Usualmente es deseable, aunque no esencial, llevar
a cabo la reacción en una atmósfera inerte, tal como, nitró-
geno, helio, argón o similares. La temperatura de reacción
15 está generalmente entre -80°C y 75°C aproximadamente. Sin em-
bargo, se ha encontrado que el desarrollo de color indesea-
ble en el producto, se suprime cuando la temperatura de la mez-
cla de los reactivos A y C, se mantiene inferior a 0°C , de
preferencia entre -10° y 15°C antes de la adición del reacti-
20 vo B. Cuando el reactivo B es una olefina muy volátil tal
como propeno, la temperatura deberá mantenerse dentro de es-
ta relación durante el período total de reacción. Lo mismo
es cierto frecuentemente para olefinas menos volátiles, ta-
les como, estireno, estirenos substituídos y di-isobuteno.
25 Sin embargo, si el reactivo B es una olefina alifática infe-
rior que no es tan volátil como el propeno y especialmente
si es isobuteno, se obtienen rendimientos máximos cuando la
mayor parte de la olefina (por lo menos 80% aproximadamente
por peso de la misma) se agrega a una mezcla de reactivos A
30 y C, la cual se mantiene a $30-60^{\circ}\text{C}$. Después de que la adi-

387882



1 ción de la olefina es completa, se puede agitar la mezcla de
reacción a una temperatura entre la temperatura ambiente y
75°C aproximadamente, durante el período de tiempo deseado.

5 El reactivo B se puede agregar durante un período
tan corto como de cinco minutos, por tan prolongado como de
una hora o más, siendo la única característica importante el
control de la reacción exotérmica que tiene lugar durante di-
cha adición, puesto que la temperatura de reacción deberá
10 ser generalmente inferior a 75°C aproximadamente y puesto
que es más ventajoso mantener la mezcla de reactivos A y C
a una temperatura no inferior de 30°C aproximadamente duran-
te la adición del reactivo B, el control de la temperatura
de reacción se puede efectuar mejor por lo menos parcialmen-
te, controlando la rapidez de adición del reactivo B.

15 Las proporciones relativas de los reactivos B y C
no son críticas, como se apreciará por el hecho de que un ex-
ceso de los reactivos A y B, se puede usar para deshidratar
ácido sulfúrico diluido, para la producción del reactivo C en
el lugar mismo. Sin embargo, se ha encontrado que los rendi-
20 mientos más elevados, especialmente de ácidos acrilamidoalca-
nosulfónicos, se obtienen cuando la proporción de átomos gra-
mo de azufre combinado en el reactivo C a equivalentes del
reactivo B, está entre 1,05:1 y 1,4:1 aproximadamente, gene-
ralmente no mayor de 1,1:1.

25 Después de que han sido introducidos todos los reac-
tivos, se deja que proceda la reacción, de preferencia con
agitación de la masa de reacción, hasta que se haya precipi-
tado una cantidad substancial del ácido amidoalcanosulfónico.
Esta precipitación es una característica crítica de la inven-
30 ción y la distingue de los métodos descritos en la técnica



1
5
previa, incluyendo la patente norteamericana 3,235,549 anteriormente mencionada, en la cual el trióxido de azufre es el agente sulfonante y en la cual se obtiene un intermediario heterocíclico que no precipita y el cual debe ser hidrolizado al ácido aminoalcanosulfónico, por la adición de por lo menos una cantidad equimolar de agua.

10
El tiempo requerido para la precipitación es usualmente muy corto, frecuentemente tan reducido como de 5-15 minutos. En ciertos casos, especialmente cuando se usa la olefina como reactivo B y ésta tiene más de 5 átomos de carbono aproximadamente, pueden ser necesarios períodos más prolongados, tales como de 2 a 4 horas.

15
20
25
El ácido amidoalcanosulfónico precipitado puede ser aislado siempre con por lo menos un 20% de rendimiento. (Como se usa aquí, el término "rendimiento", significa la proporción de la cantidad de producto deseado que se obtiene respecto a la cantidad obtenible teóricamente si la reacción llegara a completarse, esta proporción se expresa como un porcentaje). Si el reactivo C ha sido formado a partir de ácido sulfúrico más diluido, por deshidratación por medio de una mezcla de los reactivos A y B en exceso, el precipitado puede contener una cierta cantidad de la sal sulfato del correspondiente producto de la reacción de Ritter; en este caso, esta sal sulfato se puede eliminar por el simple lavado del precipitado con ácido acético, después de lo cual el sulfato se disuelve y deja el ácido amido-alcanosulfónico deseado, como el residuo insoluble.

30
Si el reactivo A es acrilonitrilo y el reactivo B es propeno o isobuteno, el rendimiento de ácido acrilamidoalcanosulfónico generalmente es de 60% o más elevado, y si el

387882

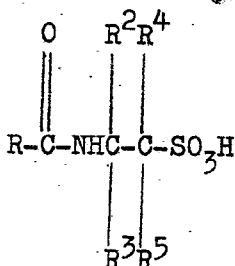


1 reactivo B es isobuteno y las condiciones de reacción son
las que se describieron previamente como preferidas (ácido
sulfúrico por lo menos al 98%, exceso de acrilonitrilo como
disolvente, todos los tres reactivos agregados simultáneamen
5 te o el isobuteno agregado al último, proporción mayor de
isobuteno agregada a 30-60°C, proporción de átomos gramo de
azufre combinado a equivalentes de isobuteno, entre 1,05:1 y
1,4:1), el rendimiento usualmente es más elevado del 80% y
frecuentemente del 90% o mayor. Más aún, si estas condacio-
10 nes se observan, el precipitado es ácido acrilamidoalcano-
sulfónico substancialmente puro, libre de cantidades signifi-
cativas de sub-productos e impurezas, de manera que la puri-
ficación es generalmente innecesaria.

Aunque, como se mencionó anteriormente, la hidrólisi
15 sis de la mezcla de reacción no es necesaria ni deseable de
acuerdo con esta invención, se ha encontrado que el desarro-
llo de color en el producto, se evita frecuentemente cuando
se agrega una pequeña cantidad de agua a la mezcla, justamen
te antes del aislamiento del producto. Esto es particularmen
20 te cierto cuando el reactivo C es oleum y especialmente,
cuando la reacción se lleva a cabo en forma continua como se
describe más adelante. La cantidad de agua que va a ser agre-
gada, usualmente es de 0,25 moles aproximadamente por equi-
valente de ácido amidoalcanosulfónico recuperado. En cualquier
25 caso, la cantidad de agua agregada no deberá ser suficiente
para la hidrólisis de cualquier intermediario hipotético.

Los ácidos amidoalcanosulfónicos obtenidos por el
método de esta invención, usualmente tienen la fórmula:

387882



en donde cada una de R^2 , R^3 , R^4 y R^5 es hidrógeno o un radical hidrocarburo o hidrocarburo sustituido (como se definió aquí anteriormente). El hecho de que los substituyentes insaturados o aromáticos puedan ser susceptibles a la sulfonación bajo las condiciones de la reacción, no se considera un obstáculo para la operación del método y para este propósito, la preparación de ácidos amidoalcanosulfónicos a partir de olefinas y/o nitrilos conteniendo radicales arilo, alqueniilo o alquinilo, se considera como que es una parte de esta invención.

La preparación de varios ácidos amidoalcanosulfónicos por el método de esta invención, se ilustran por los siguientes ejemplos-

20 EJEMPLO 1

Se agregan 99,2 partes de oleum al 13,5% (conteniendo 1,04 átomos gramo de azufre), a 205,25 partes (cinco equivalentes) de acetonitrilo a -40°C , en una atmósfera de nitrógeno. Se introduce luego isobuteno, 53 partes (0,945 equivalentes), bajo la superficie del líquido durante 38 minutos; ocurre una reacción exotérmica y se mantiene la temperatura por abajo de 50°C , por medio de enfriamiento. Se agita luego la mezcla durante una hora y se agregan 0,9 partes (0,051 moles) de agua, con agitación. Se precipita el ácido 2-acetamido-2-metilpropanosulfónico deseado (167,8 partes, para un ren

25

30

387882



1 dimiento de 91%) y se aísla por filtración y se lava con acet
tonitrilo. El producto tiene un equivalente de neutraliza-
ción de 187 (195 teórico).

EJEMPLO 2

5 Se prepara una mezcla de 309 partes (3,0 equivalen
tes) de benzonitrilo y 98,45 partes de oleum al 13% (conte-
niendo 1,034 gramos de azufre) agregando el oleum, gota a go
ta, al benzonitrilo en una atmósfera de nitrógeno, mientras
se mantiene la temperatura por debajo de -10°C . Se enfria la
mezcla a -30°C y se agregan 67 partes (1,2 equivalentes) de
10 isobuteno durante una hora, tiempo durante el cual ocurre
una reacción exotérmica que ocasiona que se eleve la tempera
tura. Se mantiene la temperatura a un máximo de 50°C por en-
friamiento y se agita la mezcla durante varias horas. Se re-
15 coge por filtración el ácido 2-benzamido-2-metilpropanosulfó
nico deseado (162,7 partes, para un rendimiento de 61,4%) y
se lava. Este tiene un equivalente de neutralización de 246
(256 teórico).

EJEMPLO 3

20 Se agregan 97,7 gramos de oleum al 30% (contenien-
do 1,063 átomos gramo de azufre) a una temperatura mantenida
por debajo de -35°C , a una solución de 229,5 gramos (1,5 equi-
valentes) de decanonitrilo en 350 ml. de 1,2-dicloroetano.
Se agregan luego 57 gramos (1,018 equivalentes) de isobuteno.
25 durante 50 minutos. Se deja que se eleve la temperatura a
 55°C y se mantiene ahí durante la adición de isobuteno. Se
agita la mezcla hasta que es completa la precipitación del
producto y se recoge por filtración el ácido 2-decanamido-2-
metilpropanosulfónico deseado, se lava con cloruro de metileno
30 y se seca. Este tiene un equivalente de neutralización de 301



12

387882

(307 teórico). El rendimiento es 62,7 partes (20,4%).

EJEMPLO 4

Se enfría a -40°C , con agitación, una solución de 54,2 gramos (1,0 equivalentes) de adiponitrilo en 300 ml de 1,2-dicloroetano y se agregan, gota a gota, 97,6 gramos de oleum al 20% (conteniendo 1,041 átomos gramo de azufre). Posteriormente se pasa isobuteno dentro de la mezcla de reacción a medida que se continúa agitando; ocurre una reacción exotérmica y se aplica enfriamiento para mantener la temperatura a $50-55^{\circ}\text{C}$. Se continúa la adición de isobuteno hasta que ha sido agregado 0,9 equivalentes aproximadamente y después de que la masa de reacción ha sido agitada durante varios minutos y enfriada a temperatura ambiente, se forma un jarabe espeso. Se separa el jarabe y se remueve el 1,2-dicloroetano por evaporación al vacío, rindiendo 56,9 gramos (27,3% de rendimiento) de la N,N'-bis-2-[2-metil-1-sulfopropil]hexanodiamida deseada. El producto tiene un equivalente de neutralización de 226 (208 teórico). Una muestra recristalizada a partir de metanol, tiene un punto de fusión de $198-200^{\circ}\text{C}$.

EJEMPLO 5

Siguiendo el procedimiento del ejemplo 2, se prepara ácido 2-acrilamidopropanosulfónico a partir de 265 partes (5 equivalentes) de acrilonitrilo, 99,8 partes de oleum al 30% (conteniendo 1,09 átomos gramo de azufre) y 38 partes (0,905 equivalentes) de propileno. Después de filtrar y lavar con acrilonitrilo, el producto tiene un equivalente de neutralización de 186 (193 teórico). El rendimiento es de 106,1 partes (60,5%).

EJEMPLO 6

Siguiendo el procedimiento del ejemplo 2, se prepara



387882

12

1 ra ácido 2-acrilamidobutanosulfónico a partir de 265 partes
(cinco equivalentes) de acrilonitrilo, 102,4 partes de oleum
al 30% (conteniendo 1,115 átomos gramo de azufre) y 57 par-
tes (1,017 equivalentes de 1-buteno). El producto tiene un
5 equivalente de neutralización de 194 (207 teórico) y el ren-
dimiento de 71 partes (33,6%).

EJEMPLO 7

Se agrega 3-metil-1-buteno, 69 partes (0,98 moles)
a una mezcla de 265 partes (5 moles) de acrilonitrilo y 97,8
10 partes de oleum al 30% (conteniendo 1.128 átomos gramos de
azufre), a -35°C, 69 partes (0,98 moles), por burbujeo de la
olefina gaseosa a través de la mezcla de acrilonitrilo-cleum.
Ocurre una reacción exotérmica que ocasiona que la temperatu-
ra suba a 53°C. Se separa la mezcla en dos capas y se recupe-
ra la capa inferior como el ácido 3-acrilamido-3-metilbuta-
15 nosulfónico deseado. El rendimiento del material crudo es
186,7 partes (88,2%).

EJEMPLO 8

Se prepara una mezcla de 265 partes (5 equivalen-
20 tes) de acrilonitrilo y 98,2 partes de oleum al 13% (conte-
niendo 1,033 átomos gramo de azufre), de acuerdo con el méto-
do del ejemplo 2 y se mantiene a -40°C a medida que se agre-
gan 92,45 partes (0,825 equivalentes) de di-isobuteno. Se de-
ja que se eleve la temperatura durante la introducción del
25 di-isobuteno, hasta que esta alcanza un máximo de 35°C. Des-
pués de que ha sido agregado todo el di-isobuteno, se eleva
la temperatura a 50°C y se mantiene ahí durante varios minu-
tos. Después de que la precipitación del producto es comple-
ta, se elimina por filtración el ácido 2-acrilamido-2,4,4-
30 trimetilpentanosulfónico deseado, se lava con acrilonitrilo

- 22 -
387882

12 A



1 y se seca. Este tiene un equivalente de neutralización de 262 (263 teórico). El rendimiento es de 65 partes (37,4%).

EJEMPLO 9

5 Se agrega ciclohexano, 82 partes (una mol), gota a gota, a una mezcla de 265 partes (cinco moles) de acrilonitrilo y 97,7 partes de oleum al 30% (conteniendo 1,064 átomos gramo de azufre), a -35°C , con agitación. Durante la adición gradual del ciclohexano, se eleva la temperatura a 55°C . Se continúa agitando después de que la adición del ciclohexano es completa y precipita el ácido 2-acrilamidociclohexano-sulfónico deseado. Este se elimina por filtración, se lava con ácido acético frío y acrilonitrilo y se seca. El rendimiento es 57,4 partes ó 24,6%. Este tiene un equivalente de neutralización de 228 (233 teórico).

15

EJEMPLO 10-17

Estos ejemplos ilustran el método de esta invención, como se aplica a la preparación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico a partir de isobuteno, acrilonitrilo y ácido sulfúrico, siendo usado el último sólo o en combinación con varios agentes deshidratantes.

20

En cada caso, se agrega isobuteno a una mezcla del acrilonitrilo y ácido sulfúrico al 100% en una atmósfera de nitrógeno, con o sin agentes deshidratantes. La adición de isobuteno comienza a una temperatura de -35°C aproximadamente y se deja que se entibie la mezcla de reacción durante la reacción exotérmica, hasta una temperatura máxima de 55°C aproximadamente. El acrilonitrilo contiene 0,48% de agua aproximadamente, de manera que la concentración efectiva del ácido sulfúrico es de 99% en lugar del 100%. Después de completarse la adición del isobuteno, se agita la mezcla durante

25

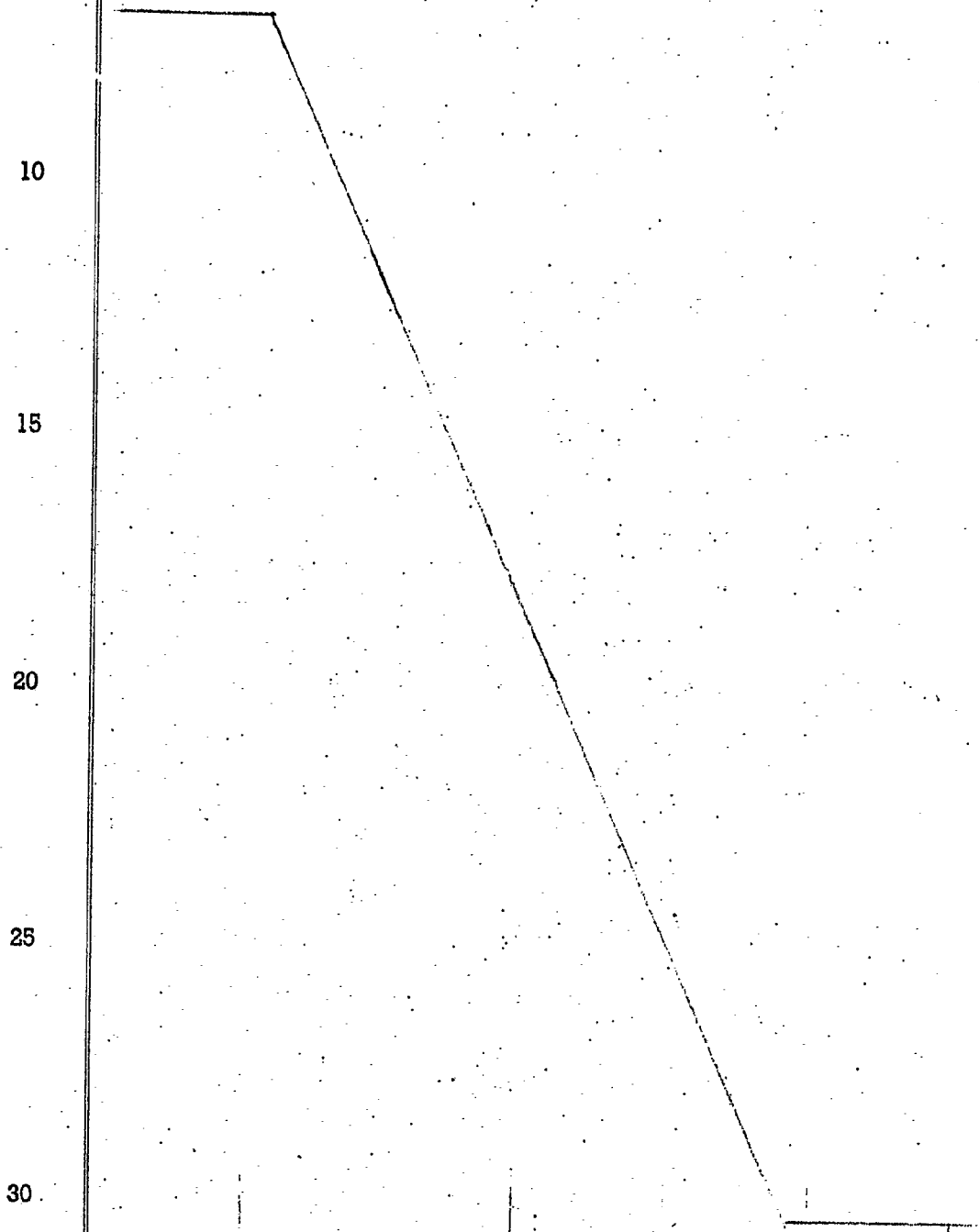
30

387882



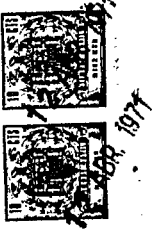
1 varias horas o hasta que ha cesado la precipitación del áci
do 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico; posteriormente se
elimina el producto por filtración, se lava con acrilonitri-
lo y se seca.

5 Los resultados de estos experimentos, están dados
en la Tabla I.



387882

387882



T A B L A I

Ejemplo	Equivalentes acrilonitrilo	Equivalentes isobuteno	Moles H ₂ SO ₄	Agente deshidratante Identidad	Moles	Rendimiento, %	Producto
10	5,0	0,98	1,0	Ninguno	---	71,5	202
11	5,0	0,893	0,982	Acido cloro sulfónico	0,095	87,6	189
12	5,0	0,857	0,956	Trifluoruro de boro	0,32	71,0	195
13	5,0	0,893	0,972	Pentóxido de fósforo	0,056	96,5	196
14	5,0	0,857	0,954	Sulfato de calcio	0,184	81,3	197
15	5,0	0,929	0,978	Sulfato de magnesio	0,012	74,9	197
16	5,0	0,875	0,970	Sulfato de sodio	0,014	70,7	206
17	5,0	0,875	0,949	Gel de sílice	0,083	75,7	198

II Valor teórico - 207

387800

T A B L A I

Ejemplo	Equivalentes acrilonitrilo	Equivalentes isobuteno	Moles H ₂ SO ₄	Agente deshidratant Identidad	Mole
10	5,0	0,98	1,0	Ninguno	---
11	5,0	0,893	0,982	Acido cloro sulfónico	0,0
12	5,0	0,857	0,956	Trifluoruro de boro	0,3
13	5,0	0,893	0,972	Pentóxido de fósforo	0,0
14	5,0	0,857	0,954	Sulfato de calcio	0,1
15	5,0	0,929	0,978	Sulfato de magnesio	0,0
16	5,0	0,875	0,970	Sulfato de sodio	0,0
17	5,0	0,875	0,949	Gel de silice	0,0

I Valor teórico - 207

25

30

387882



T A B L A I

Agente deshidratante Identidad	Moles	Producto Rendimiento, %	Equiv. Neut. Y
..... Ninguno	-----	71,5	202
..... Acido cloro sulfónico	0,095	87,6	189
..... Trifluoruro de boro	0,32	71,0	195
..... Pentóxido de fósforo	0,056	96,5	196
Sulfato de calcio	0,184	81,3	197
Sulfato de magnesio	0,012	74,9	197
Sulfato de sodio	0,014	70,7	206
Gel de silice	0,083	75,7	198

387882



EJEMPLOS 18-22

1

5

10

15

20

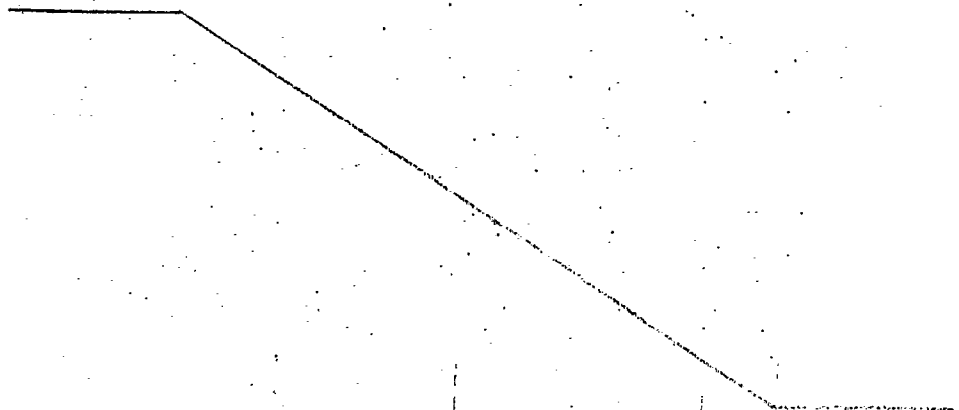
25

30

Estos ejemplos muestran las ventajas obtenidas usando las condiciones preferidas descritas anteriormente; esto es, una proporción de átomos gramo de azufre (en la mezcla de trióxido de azufre-ácido sulfúrico) a equivalentes de olefina, entre 1,05:1 y 1,4:1 aproximadamente, una concentración de ácido sulfúrico de por lo menos 100%, una temperatura de adición entre 30 y 60°C y la adición de la olefina a la mezcla de nitrilo y trióxido de azufre-ácido sulfúrico.

En cada uno de estos ejemplos, el reactivo A es acrilonitrilo, el reactivo B es isobuteno y el reactivo C es ácido sulfúrico u oleum de la concentración indicada. En los ejemplos 18-20 y 22, la temperatura de adición es la temperatura de la mezcla durante la adición de isobuteno; en el ejemplo 21, esta es la temperatura de la mezcla durante la adición de oleum. La proporción molar de acrilonitrilo a isobuteno está dada, aunque esta no se considera crítica. Cuando se indica la adición de agua, esta se agrega justamente antes de la remoción del ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico por filtración.

Los resultados de los ejemplos 18-22, están dados en la tabla II.



387882

387882

T A B L A II



APR. 1971

APR. 1971

Ejemplo	Proporción de equivs. acri- lonitrilo/iso- buteno	Proporción, de átomos- C_2 asufire combinado/equivs. isobuteno	Concentración H_2SO_4 , %	Orden de adición	Temp, de Prop. Mo adición, lar, H_2O / producto	Rend. Producto % equivalente Neut. I		
18	5,3	1,1	107	Isobuteno al último	+54-56	0,16	96	196
19	7,2	1,02	103	Isobuteno al último	-30 a +50	0,07	81	203
20	4,6	1,14	106	Isobuteno al último	-5 a 0	----	71	207
21	4,6	1,11	106	Oleum al último	-30 a -35	----	60	----
22	5,1	1,02	99	Isobuteno al último	-35 a +55	----	71,5	202

II Valor teórico - 207

1

5

10

15

20

25

30

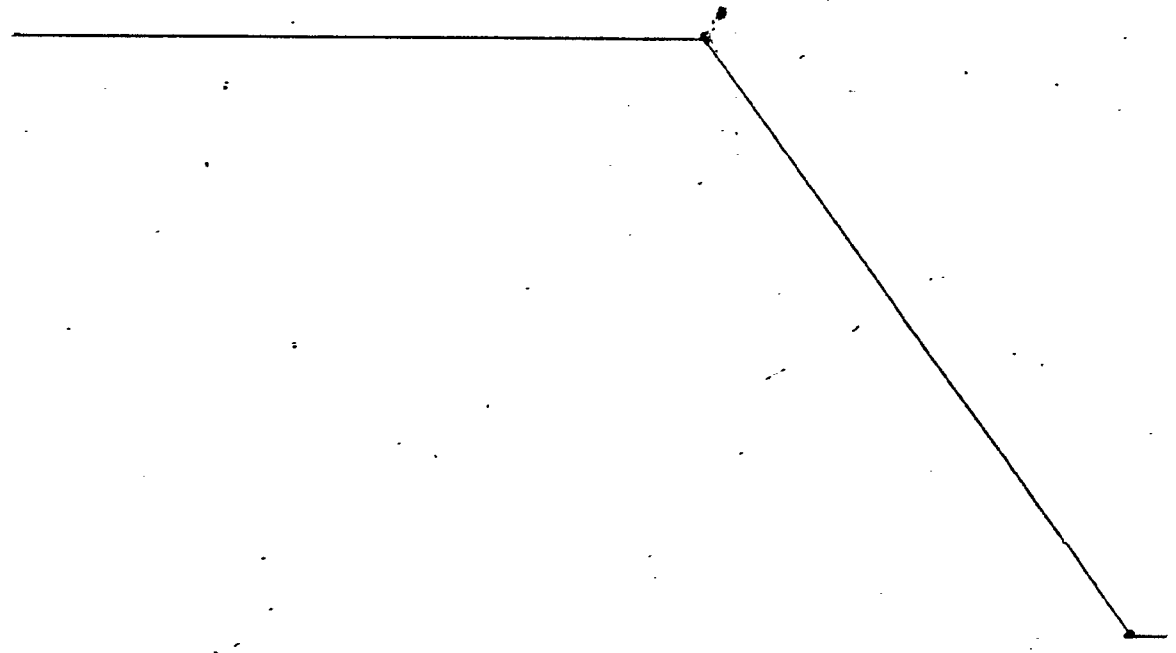
387882

T A B L A II

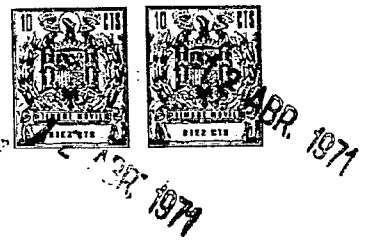
1
5
10
15
20
25
30

Ejemplo	Proporción de equivs. acri- lonitrilo/iso- buteno	Proporción, de átomos-gr azufre combinado/equivs. isobuteno	Concentración H ₂ SO ₄ , %	Orden de adición
18	5,3	1,1	107	Isobuteno al último
19	7,2	1,02	103	Isobuteno al último
20	4,6	1,14	106	Isobuteno al último
21	4,6	1,11	106	Oleum al último
22	5,1	1,02	99	Isobuteno al último

I Valor teórico - 207

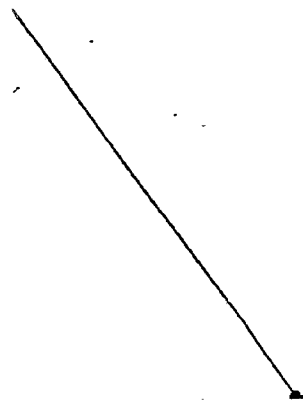


387882



B L A II

Concentración , %	Orden de adición	Temp. de Prop. Mo adición, lar, H ₂ O/ °C. producto	Rend. Producto % equivalente Neut. X	
	Isobuteno al último	+54-56 0,16	96	196
	Isobuteno al último	-30 a +50 0,07	81	203
	Isobuteno al último	-5 a 0 ---	71	207
	Oleum al último	-30 a -35 ---	60	---
	Isobuteno al último	-35 a +55 ---	71,5	202



387882



1971

1 El método de esta invención está adaptado para
usarse en sistemas continuos. De hecho, se ha encontrado que
la operación continua aumenta substancialmente el rendimien-
to del ácido amidoalcanosulfónico. Cuando la reacción se rea-
5 liza continuamente, se encuentra usualmente que se deberán
usar concentraciones de oleum un poco más elevadas que en el
caso de sistemas intermitentes; comunmente, se prefiere una
concentración de oleum de por lo menos 8% (ácido sulfúrico
fumante al 108%). También, se encontró que se suprime la for-
mación de color en el producto, si se agrega una pequeña can-
10 tidad de agua, como se describió anteriormente, justamente
antes de la etapa de filtración en el proceso continuo. Así,
el agua se agrega antes de que la reacción sea potencialmen-
te completa, pero no interfiere con el completamiento de la
15 reacción o cambia el rendimiento del producto.

Los siguientes ejemplos ilustran el rendimiento del método de esta invención, cuando se lleva a cabo en un sistema continuo.

EJEMPLOS 23-24

20 Se preparó un sistema continuo a escala del labora-
torio, conectando 5 matraces de fondo redondo, equipado cada
uno con un agitador y los tubos de entrada y salida neces-
arios, en serie. El primer matraz contenía entradas para acri-
lonitrilo y oleum, el segundo contenía una entrada de olefi-
25 na (adaptada para la introducción del gas en el ejemplo 23 y
para la introducción del líquido en el ejemplo 24, el terce-
ro tenía una entrada de nitrógeno y un condensador de hielo
seco y el cuarto tenía medios para la introducción de agua.
Se mantuvo la temperatura del primer matraz a $-20 \pm 5^{\circ}\text{C}$, du-
30 rante el mezclado del acrilonitrilo y oleum. La mezcla pasa



R. 1971

387882

1 luego al segundo matraz, en el cual se mantiene la temperatu
ra a $-17 \pm 5^{\circ}\text{C}$, durante la adición de la olefina. (En el ejem
plo 24, se agrega la olefina como una solución en una por
5 ción del acrilonitrilo). El tiempo de residencia en el segun
do matraz es de 6 minutos aproximadamente, después de lo
cual la mezcla pasa al tercer matraz mantenido a $65-69^{\circ}\text{C}$
aproximadamente, durante un tiempo de residencia de 20-40
minutos. Se agrega agua al cuarto matraz a medida que la ma
sa de reacción pasa dentro del mismo; este matraz se mantie
ne a $40-45^{\circ}\text{C}$, en el ejemplo 23 y a $55-56^{\circ}\text{C}$, en el ejemplo
10 24. Después de un tiempo de residencia de 12 minutos aproxi
madamente, la mezcla pasa al matraz final, a una temperatu
ra de $35^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$. El producto se remueve por filtración, a me
dida que este deja el quinto matraz. Este se lava luego con
15 acrilonitrilo y se seca. El producto del ejemplo 23 es áci
do 2-acrilamidopropanosulfónico y el del ejemplo 24 es ácido
2-acrilamido-2-feniletanosulfónico.

Los resultados de los ejemplos 23 y 24, están dados
en la table III.

EJEMPLOS 25-27

20 Se repite el procedimiento de los ejemplos 23-24,
excepto que se remueven el cuarto y quinto matraces y se
agrega agua al tercer matraz, después de un tiempo de resi
dencia de 5-15 minutos de la masa de reacción en el mismo.
25 El producto del ejemplo 25 es ácido 2-acrilamido-2(metilfe
nil)etanosulfónico; el del ejemplo 26, ácido 2-acrilamido-2-
(butil-t-fenil)etanosulfónico y el del ejemplo 27, ácido
2-acrilamido-2-(clorofenil)etanosulfónico.

30 Los resultados de los ejemplos 25-27, también es
tán dados en la Tabla III.

387882

387882



T A B L A III

Ejemplo	Olefina	Prop. de equivs. Acrilonitrilo/Olefina	Prop. átomos /gr azufre comb./equivs. olefina	Concen- tración H ₂ SO ₄ ,%	Prop. molar H ₂ O/agrego /produc- to.	Rend. %	Equiv. Neut. actual/teórico
23	Propeno	10,4	1,02	107,6	0,12	84,5	193/193
24	Estireno	14,5	1,01	104,7	0,03	91,4	250/255
25	Viniltolueno	15,2	1,06	104,8	0,07	55,0	272/269
26	t-Butilistireno	14,5	1,05	106,7	0,06	61,6	269/289.5
27	Cloroestireno	14,5	1,07	106,7	0,05	81,0	269/289.5

1

5

10

15

20

25

30

387882



12 ABR. 1977

T A B L A III

Prop. átomos /gr azufre comb./equivs. olefina	Concen- tración H ₂ SO ₄ ,%	Prop. molar H ₂ O/agrego /produc- to.	Rend. %	Equiv.Neut. actual/teórico
--	---	---	------------	-------------------------------

1,02	107,6	0,12	84,5	193/193
------	-------	------	------	---------

1,01	104,7	0,03	91,4	250/255
------	-------	------	------	---------

1,06	104,8	0,07	55,0	272/269
------	-------	------	------	---------

1,05	106,7	0,05	61,6	269/289.5
------	-------	------	------	-----------

1,07	106,7	0,05	81,0	269/289.5
------	-------	------	------	-----------



EJEMPLOS 28-32

1

5

10

15

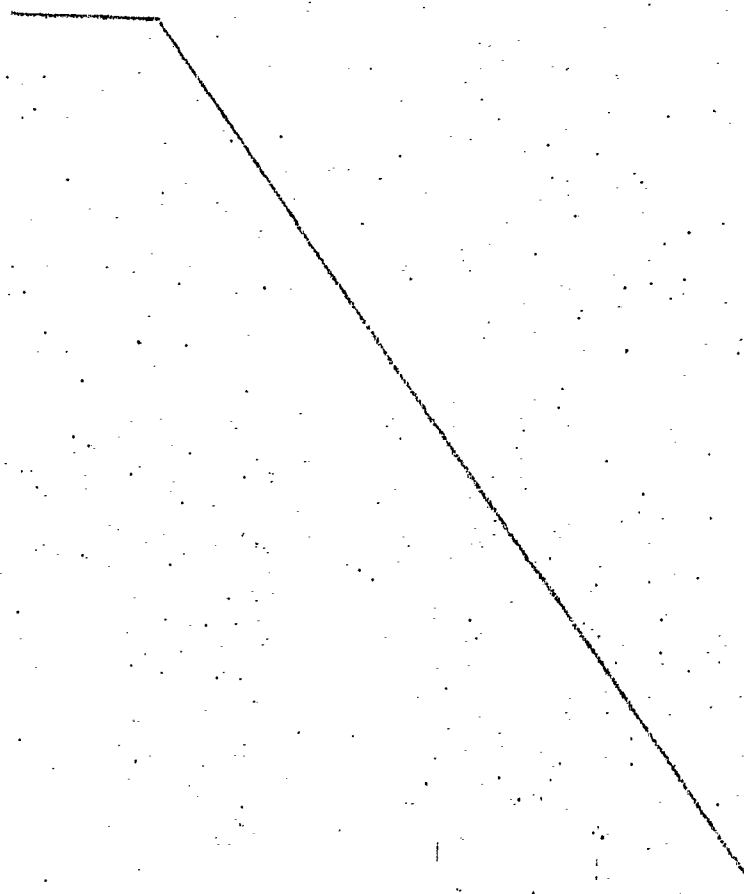
20

25

30

Se emplea el sistema de los ejemplos 25-27, con la entrada de adición de líquido en el segundo matraz reemplazada por una entrada de adición de gas, en la reacción del acrilonitrilo con oleum e isobuteno. Se mantiene la temperatura del primer matraz abajo de 0°C, la del segundo matraz a 44-58°C aproximadamente y la del tercer matraz a 50-60°C. En el ejemplo 32, se agrega 10% del isobuteno al primer matraz, a una temperatura de -12°C y el remanente del isobuteno se agrega al segundo matraz. La precipitación del producto es completa en el tercer matraz y se filtra el producto, se lava con acrilonitrilo y se seca.

Los resultados de los ejemplos 28-32, están dados en la Tabla IV.



387882

T A B L A IV

387882



Ejemplo	Prop. de equivs. acrilonitrilo/ isobuteno	Prop. átomos /gr. azufre camb./equivs. isobuteno	Concentración H ₂ SO ₄ , %	Prop. molar H ₂ O agregado/ producto	Yend. % Equiv. Neut. I
28	20,4	1,36	115	0,23	98
29	18,5	1,23	115	0,23	94
30	10,8	1,08	109	0,13	96
31	9,7	1,08	109	0,10	94,5
32	12,9	1,41	108	0,18	97

X Valor teórico - 207

1

5

10

15

20

25

30

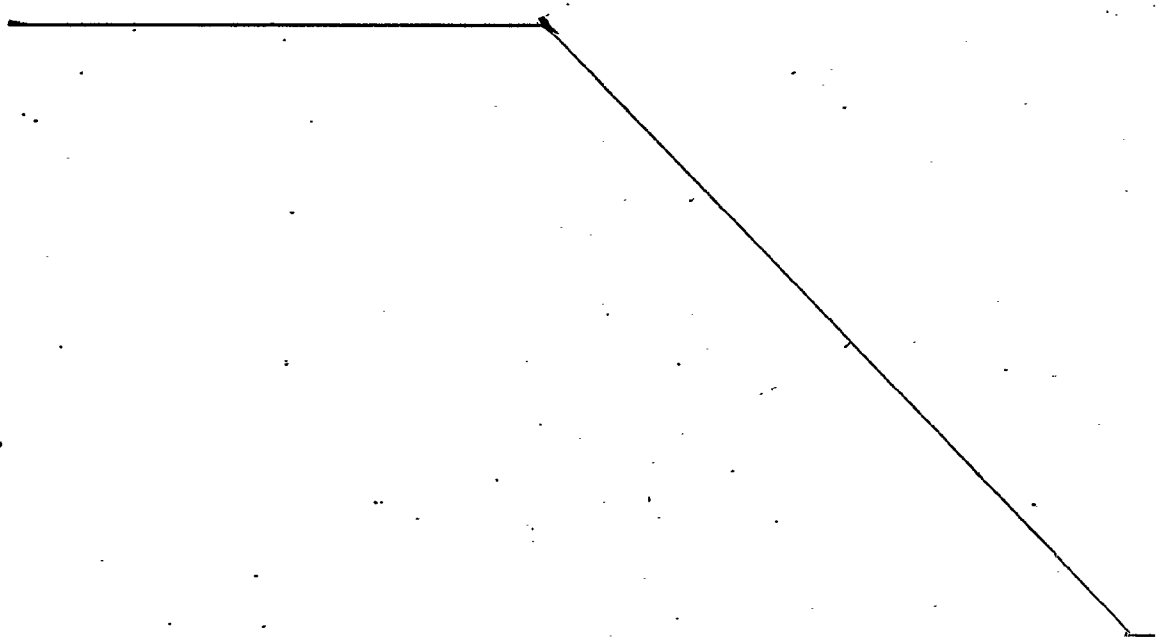
387882

T A B L A IV

1
5
10
15
20
25
30

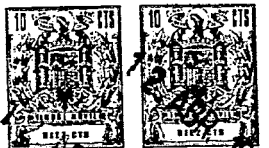
Ejemplo	Prop. de equivs. acrilonitrilo/ isobuteno	Prop. átomos /gr. azufre camb./equivs. isobuteno	Concentración H ₂ SO ₄ , %	Prop. mola H ₂ O agregado producto
28	20,4	1,36	115	0,23
29	18,5	1,23	115	0,23
30	10,8	1,08	109	0,13
31	9,7	1,08	109	0,10
32	12,9	1,41	108	0,18

II Valor teórico - 207



T A B L A IV

387882



FEB. 1971

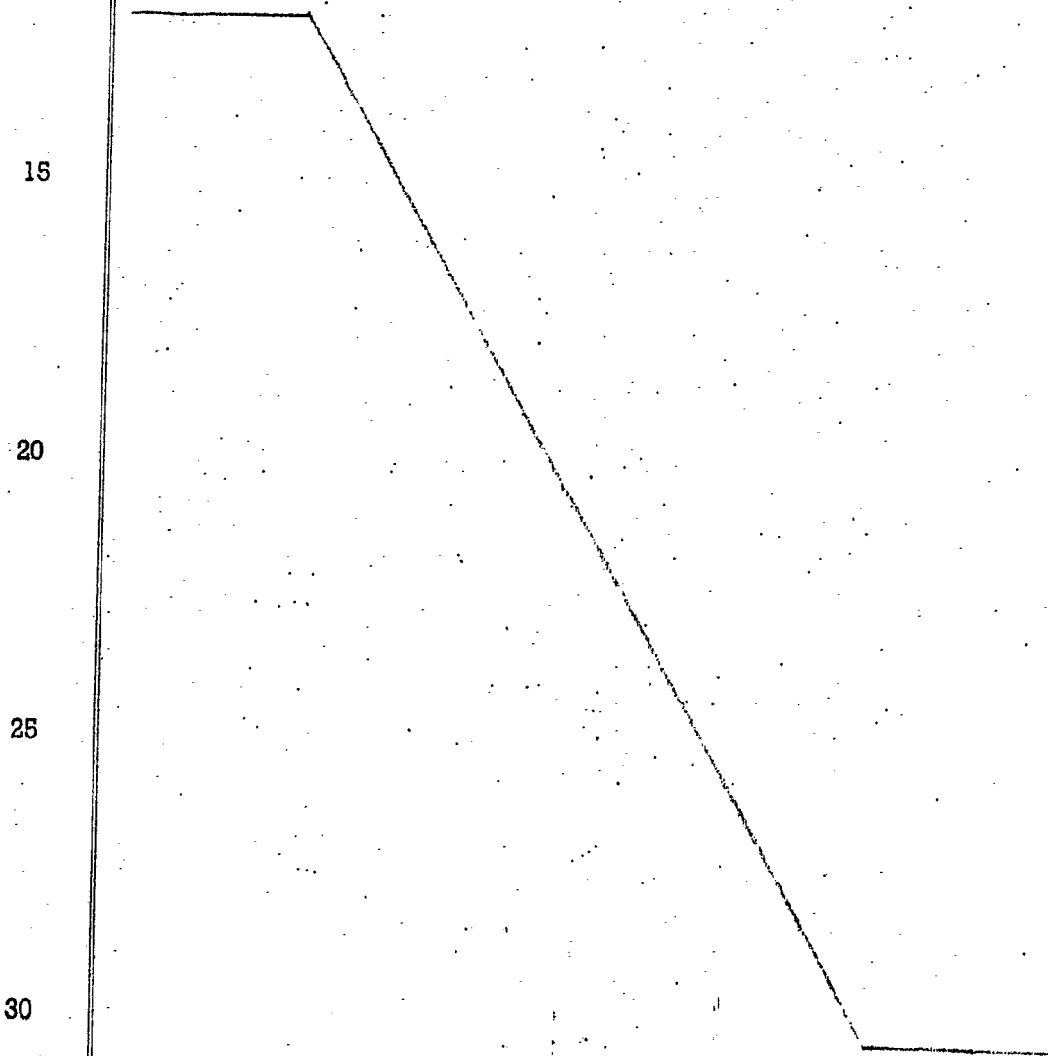
concentración O ₂ , %	Prop. molar H ₂ O agregado/ producto	Rend. %	Producto Equiv. Neut. II
.15	0,23	98	191
.15	0,23	94	201
.09	0,13	96	204
.09	0,10	94,5	205
.08	0,18	97	196

387882



1 Los ejemplos anteriores han descrito la preparación
de ácidos amidoalcanosulfónicos, a partir de nitrilos y ole-
finas específicos, de acuerdo con el método de esta invención.
Se obtienen productos similares substituyendo otros nitrilos
5 y/u olefinas en los procedimientos descritos, incluyendo ni-
trilos tales como, propionitrilo, metacrilonitrilo, succino-
nitrilo y dodecanonitrilo y olefinas tales como, 1-penteno,
2-penteno, trans-2-buteno, cis-2-buteno y 3,3-dimetil-1-bute-
no.

10 En resumen la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:





1

REIVINDICACIONES

5

10

15

20

25

30

1. Un método para preparar y aislar un ácido amidoalcanosulfónico, que comprende poner en contacto los siguientes reactivos: (A) un nitrilo de hidrocarburo que tiene hasta 12 átomos de carbono, (B) una olefina que tiene menos de 10 átomos de carbono y (C) ácido sulfúrico de por lo menos una concentración de 90% aproximadamente, siendo estos reactivos las únicas sustancias reactivas presentes; permitir que proceda la reacción entre dichos reactivos, hasta que ha precipitado una cantidad sustancial del ácido amidoalcanosulfónico a partir de la mezcla de reacción y recuperar dicho ácido amidoalcanosulfónico.

2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual el reactivo C se forma en el lugar mismo por deshidratación de ácido sulfúrico más diluido.

3. Un método de acuerdo con la reivindicación 2, en el cual la deshidratación se efectúa por sulfato de calcio, sulfato de magnesio, sulfato de sodio, gel de sílice, cloruro de aluminio, trifluoruro de boro o un compuesto de coordinación del mismo, pentóxido de fósforo o ácido clorosulfónico.

4. Un método de acuerdo con la reivindicación 3, en el cual el reactivo A es acrilonitrilo o metacrilonitrilo y el reactivo B es propeno o isobuteno.

5. Un método de acuerdo con la reivindicación 2, en el cual la deshidratación se efectúa usando un exceso del reactivo A, o un exceso de los reactivos A y B.

6. Un método de acuerdo con la reivindicación 5, en el cual el reactivo A es acrilonitrilo o metacrilonitrilo y el reactivo B es propeno o isobuteno.

No. 387.882

387882



1 7. Un método de acuerdo con la reivindicación 6,
en el cual el reactivo A es acrilonitrilo y el reactivo B
es isobuteno.

5 8. Un método de acuerdo con la reivindicación 1,
para preparar y aislar el ácido amidoalcanosulfónico men-
cionado, con un rendimiento de por lo menos 20%, en el cual
el reactivo C consiste de ácido sulfúrico de una concentra-
ción de por lo menos 98% u oleum, conteniendo hasta un 30%
de trióxido de azufre.

10 9. Un método de acuerdo con la reivindicación 8,
en el cual los reactivos A, B y C mencionados, son las úni-
cas sustancias presentes en cantidades sustanciales.

10. Un método de acuerdo con la reivindicación 9,
en el cual el reactivo B es una olefina alifática.

15 11. Un método de acuerdo con la reivindicación 10,
en el cual el reactivo B es propeno o isobuteno.

12. Un método de acuerdo con la reivindicación 9 en
el cual el reactivo A es acrilonitrilo o metacrilonitrilo.

20 13. Un método de acuerdo con la reivindicación 12,
en el cual el reactivo B es una olefina alifática.

25 14. Un método de acuerdo con la reivindicación 13,
para preparar y aislar un ácido acrilamidoalcanosulfónico,
con un rendimiento de por lo menos 60%, que comprende poner
en contacto: (A) acrilonitrilo, (B) propeno o isopropeno y
30 (C) ácido sulfúrico de por lo menos una concentración de
98% u oleum; dejar que proceda la reacción entre estos reac-
tivos, hasta que ha precipitado una cantidad sustancial del
ácido acrilamidoalcanosulfónico a partir de dicha masa de
reacción y recuperar el ácido acrilamidoalcanosulfónico men-
cionado.



- 1 15. Un método de acuerdo con la reivindicación 14,
para la preparación de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano-
sulfónico, en el cual el reactivo B es isobuteno.
- 5 16. Un método de acuerdo con la reivindicación 14,
en el cual la proporción de átomos gramo de azufre combina
do presente en dicho ácido sulfúrico u oleum, a moles del
reactivo B, está entre 1,05:1 y 1,4:1, aproximadamente.
- 10 17. Un método de acuerdo con la reivindicación 16,
para la preparación de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano-
sulfónico, en el cual el reactivo B es isobuteno.
- 15 18. Un método de acuerdo con la reivindicación 17,
en el cual se mezclan los reactivos A y C no después del
momento de adición del reactivo B y en donde por lo menos
80% por peso aproximadamente del reactivo B se agrega a una
temperatura de la masa de reacción de 30-60°C aproximadamen
te.
19. Un método de acuerdo con la reivindicación 16,
en el cual la reacción se lleva a cabo continuamente.
- 20 20. Un método de acuerdo con la reivindicación 19,
para la preparación de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano-
sulfónico, en el cual el reactivo B es isobuteno.
- 25 21. Un método de acuerdo con la reivindicación 20
en el cual se mezclan los reactivos A y C antes del momento
de adición del reactivo B y en donde por lo menos 80% por
peso aproximadamente del reactivo B, se agrega a una tempe
ratura de la masa de reacción de 30-60°C aproximadamente.
- 30 22. Un método de acuerdo con la reivindicación 16,
en el cual se agrega agua a la masa de reacción, justamen
te antes de la recuperación del ácido acrilamidoalcanosul
fónico mencionado, siendo la cantidad de agua agregada, no



387882

12

1 mayor de 0,25 moles por mol de ácido acrilamidoalcanosulfónico recuperado.

23. Un método de acuerdo con la reivindicación 22, en el cual la reacción se lleva a cabo continuamente.

5 24. Un método de acuerdo con la reivindicación 23, para la preparación de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano-sulfónico, en el cual el reactivo B es isobuteno.

10 25. Un método de acuerdo con la reivindicación 24, en el cual los reactivos A y C se mezclan antes del momento de adición del reactivo B y en donde por lo menos 80% por peso aproximadamente del reactivo B, se agrega a una temperatura de la masa de reacción de 30-60°C aproximadamente.

15 26. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita:
UN METODO PARA PREPARAR Y AISLAR UN ACIDO AMIDOALCANOSULFONICO.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de treinta y seis páginas mecanografiadas.

Madrid, 2 febrero 1.971

BERNARDO UNGRIA
P. I.

25

30