

416323

20



PATENTE DE INVENCION

CIID

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPUESTOS
ALQUILSULFONADOS"

Solicitante: SNAM PROGETTI S.p.A.,
entidad italiana, establecida en
MILAN (Italia), Corso Venezia, 16.

Prioridad: Solicitud de Patente No 25984 A/72,
depositada en Italia
en 21 de Junio de 1972.

416323

20



La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de compuestos alquilsulfonados, y particularmente para la preparación de alquilsulfonatos de metales alcalinos, utilizables como detergentes, mediante
5 adición de bisulfitos de metales alcalinos a dobles enlaces vinílicos.

Más particularmente, la presente invención constituye un perfeccionamiento del procedimiento de adición de bisulfito a olefinas primarias mediante un sistema de reacción
10 veloz, ya sea discontinuo o continuo, iniciado por aire y sales de metales de transición.

Reacciones de adición de bisulfito han sido empleadas con éxito para la producción de numerosos alquilsulfonatos a partir de olefinas. Generalmente se han empleado aire
15 u otros gases que contengan oxígeno, así como también compuestos peróxidos, para iniciar la reacción.

Sin embargo, se ha descubierto que cuando se emplea cualquier procedimiento convencional iniciado por aire para la producción de un alquilsulfonato a partir de olefinas
20 primarias, particularmente las de elevado peso molecular, juntamente con un bisulfito de metal alcalino, la reacción es extremadamente lenta y requiere por tanto períodos de tiempo muy prolongados para obtener rendimientos adecuados.

Así por ejemplo, el procedimiento descrito en la Patente
25 norteamericana Nº 2.653.973 requiere aproximadamente 16 a 40 horas para la obtención de rendimientos razonables de alquilsulfonato sódico. Otros procedimientos conocidos iniciados por aire requieren períodos de tiempo de igual orden

416323

20



de magnitud.

En otros procedimientos (tales como los descritos en la Patente alemana Nº 1.098.936, en la Patente francesa Nº 1.222.105 y en la Patente norteamericana Nº 3.084.186)

5 se reivindica el empleo de compuestos peróxidos como iniciadores: incluso aunque presentan considerables ventajas desde el punto de vista cinético, estos procedimientos no resultan adecuados desde el punto de vista económico debido al elevado coste del iniciador.

10 En dos recientes procedimientos se reivindica el empleo, como iniciadores, de nitratos (véase por ejemplo "Hydrocarbon Processing" mayo 1970, página 140) o de peróxidos obtenibles a través de una previa oxigenación "in situ" de la propia olefina ("Hydrocarbon Processing" abril 1971, página 163).

15 Ambos procedimientos poseen una buena cinética de reacción, pero adolecen también de considerables inconvenientes: el empleo de nitratos da lugar a alquilsulfonatos conteniendo nitrógeno en una cantidad de aproximadamente 1 g por cadena alquílica: la preoxigenación de olefinas da
20 lugar a productos de reciclado que no resultan más reactivos que el bisulfito.

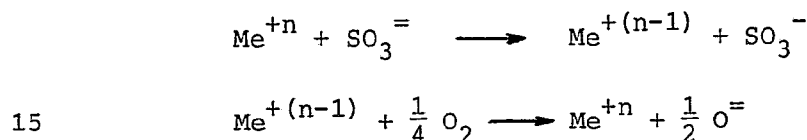
Otros procedimientos que reivindican el empleo de radiaciones gamma o U.V. no proporcionan rendimientos satisfactorios y presentan dificultades tecnológicas (Patente francesa Nº 1.453.398 y Patente norteamericana Nº 3.450.749).
25

En todo caso, la reacción secundaria de la oxidación directa de bisulfito a bisulfato sódico da lugar a un producto final extremadamente rico en sales minerales, lo cual hace

416323²⁰

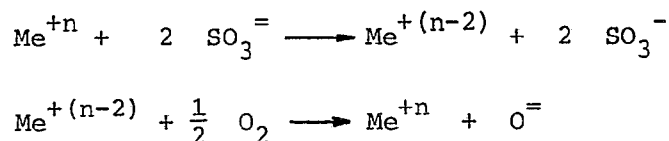
necesaria la purificación del producto final, además de las pérdidas de reactivo, mediante cristalización fraccionada.

Se ha descubierto ahora que alquilsulfonatos de cadena larga pueden obtenerse mediante un sistema continuo o discontinuo, con rendimientos prácticamente cuantitativos y con tiempos de reacción medios inferiores a una hora, generalmente iguales a 40 minutos, mediante la adición de bisulfito a olefinas primarias con 10 a 20 átomos de carbono, iniciándose la reacción de adición en presencia de sales u óxidos de metales de transición pertenecientes a los grupos I, VII y VIII del sistema periódico, tales como Fe, Mn, Cu, Co, y similares, a través de un sistema redox que puede representarse esquemáticamente del modo siguiente:



donde Me es el metal de transición;

o bien



En la literatura científica se indica que estos metales catalizan fuertemente la oxidación de bisulfito a sulfato y ditionato alcalino.

Ahora se ha descubierto sorprendentemente que, si la reacción se realiza en apropiadas condiciones de reacción, es decir relación entre los reactivos, tipo de disolventes



y relación entre los mismos, temperatura y pH, se obtiene un sistema que reduce la reacción secundaria parásita de terminación hasta niveles muy bajos y, particularmente, la formación de sales inorgánicas.

5 Más particularmente, de acuerdo con la presente invención se obtiene un procedimiento para la preparación de sulfonatos de metales alcalinos a partir de olefinas $C_{10}-C_{20}$ en un disolvente constituido por agua y alcohol, preferentemente alcohol isopropílico. Los diversos componentes se
10 escogen en una tal proporción que se mantenga un exceso apropiado de olefina (relación molar $NaHSO_3$ /olefinas inferior a 1 y preferentemente igual a 0,8 y para lograr así la total conversión del bisulfito introducido), una relación en peso disolvente/olefinas comprendida entre 6/1 y 3/1 y
15 una relación en peso alcohol/agua comprendida entre 1,2 y 2,5, preferentemente igual a 1,9.

Durante la reacción se mantiene la temperatura por debajo de la temperatura de ebullición del agua y, a tal fin, puede emplearse la presión para mantener el sistema
20 en fase líquida; cuando el alcohol y el agua den lugar a mezclas azeotrópicas es posible operar justamente a los valores de éstas; empleando alcohol isopropílico se trabajó a aproximadamente $80^{\circ}C$ que es justamente la temperatura de ebullición de la mezcla agua-alcohol.

25 Por consiguiente son igualmente utilizables temperaturas de $20^{\circ}C$ a $90^{\circ}C$.

El iniciador metálico se introduce en cantidades que oscilan alrededor de 10^{-3} moles/litro y al mismo tiempo se

416323²⁰



envía una corriente de aire u oxígeno de modo que se mantenga un flujo igual a aproximadamente 0,8 l/h por litro calculado como oxígeno. El pH se mantiene preferentemente alrededor de 6, pero la reacción se lleva a cabo ventajosamente a un pH comprendido entre 8,5 y 2.

Durante la reacción se mantiene una eficaz agitación para permitir el emulsionamiento de la olefina. El bisulfito puede formarse in situ a partir de SO_2 y álcalis.

El compuesto olefínico empleado puede pertenecer a cualquier serie de alfa-olefinas comprendidas entre C_{10} y C_{20} y puede contener también una fracción de olefinas internas.

Los compuestos olefínicos de partida no precisan tratamiento previo alguno, debido al hecho de que se observa la misma velocidad de reacción en olefinas brutas, olefinas exentas de peróxidos destiladas sobre FeSO_4 , olefinas destiladas sobre bisulfito, y olefinas recuperadas de las propias reacciones de adición.

Por consiguiente, es posible excluir que los resultados obtenidos mediante el procedimiento de la invención se deban a acciones iniciales de peróxidos, los cuales pueden estar presentes tanto en las olefinas como en el disolvente, según quedará demostrado en los ejemplos, en los que aparece aplicado el procedimiento según la invención a fracciones olefínicas y disolventes liberados de compuestos peróxidos de cualquier tipo mediante ebullición y destilación sobre sulfato ferroso y sobre bisulfito sódico.

Los iniciadores empleados son sales u óxidos de metales



de transición, preferentemente óxidos de hierro y manganeso (Fe_2O_3 , MnO_2 , Mn_3O_4): las concentraciones están comprendidas entre 10^{-2} y 10^{-4} M, preferentemente 10^{-3} : en particular ofrece notables ventajas el empleo de MnO_2 , debido a que
5 es soluble en soluciones de bisulfito y puede recuperarse cuantitativamente por filtración en la forma de Mn_3O_4 cuando, al final de la reacción, se neutraliza la solución bajo una débil corriente de aire.

El catalizador recuperado continúa siendo activo y
10 puede por tanto volver a ser utilizado. El alquilsulfonato seco contiene el catalizador en una cantidad inferior a 5 ppm.

Entre los disolventes probados, el 2-propanol (IPA) se ha revelado como el mejor, probablemente debido al buen
15 poder disolvente con respecto a la olefina juntamente con su plena miscibilidad con agua.

La relación IPA/ H_2O es muy importante, tanto desde el punto de vista de la cinética de la reacción como al fin de nivelar al máximo la reactividad de las olefinas pertenecientes a una fracción.
20

La relación óptima IPA/ H_2O es de aproximadamente 3,5/1,5 en volumen y permite una buena solubilidad de las olefinas sin convertir en insoluble el bisulfito.

La formación de subproductos de la reacción, tales como
25 Na_2SO_4 , es extremadamente limitada: el contenido de Na_2SO_4 en el total de los productos de reacción secos es inferior al 5 % en peso: en los procedimientos precedentes no se ha especificado nunca el contenido en sulfato, pero experimen-

416323

20



talmente se ha podido verificar que éste oscila entre un 15 y un 45 % en dichos procedimientos previamente reivindicados. El control del pH no es limitativo, siempre que se mantenga inferior a 8,5; a valores superiores se detiene la reacción. La temperatura de reacción es extremadamente importante en relación con el pH; a 80°C la reacción tiene lugar de manera muy favorable con respecto a la cinética y a la selectividad tanto a un pH <8,5 hasta un pH=2; a temperaturas inferiores resulta necesario operar en el intervalo del pH de 5,5 - 8,5; en efecto, a un pH <5,5 a T = 60°C sólo se forma Na₂SO₄ con una cinética de reacción extremadamente lenta.

Las reacciones se verifican hasta la conversión total del bisulfito; el control se realiza mediante valoraciones iodométricas durante la reacción; el pH se controla en continuo mediante un electrodo de vidrio acoplado a un electrodo de Ag/AgCl.

Al final de la reacción se neutraliza la solución mediante NaOH, se separa el catalizador mediante filtración y la olefina residual se extrae con pentano o se destila en corriente de vapor. La solución hidro-alcohólica residual se evapora y el producto sólido se seca bajo vacío a 100°C. La operación puede efectuarse en una única etapa en proceso de pulverización-secado, obteniéndose sulfonato como sólido blanco y la parte reciclada de disolvente y de la olefina no reaccionada.

Los productos aparecen en forma de polvo blanco no higroscópico y no requieren purificación ulterior alguna.



El contenido de Na_2SO_4 es inferior al 5 % en peso y representa la única impureza inorgánica presente.

La productividad a partir de una fracción olefínica $\text{C}_{15} - \text{C}_{18}$ es extremadamente elevada, con tiempos de reacción 5 medios de aproximadamente 40 minutos: un valor de la misma no demasiado estimable pero fácilmente obtenible, es del orden de magnitud de 0,9 moles/h/litro.

El procedimiento según la invención presenta, entre otros, los siguientes aspectos positivos:

- 10 A) bajo contenido de Na_2SO_4 : el empleo de la catálisis metálica hace que la reacción sea particularmente rápida, y por tanto reduce las posibilidades de realización de reacciones lentas, tales como la oxidación de bisulfito a sulfato. Los sulfatos no superan el 5 % en peso;
- 15 B) el empleo de débiles corrientes de aire, hecho posible por la rápida cinética, con respecto a la elevada velocidad de propagación, reduce adicionalmente los procesos oxidativos secundarios a costa del bisulfito;
- C) valor pH absolutamente no limitativo, siempre que 20 sea inferior a 8,5; la reacción puede llevarse a cabo también a un pH inferior a 5, sin perjuicio alguno de la cinética y la selectividad, siempre que las operaciones se lleven a cabo a 80°C;
- D) reactividad de olefinas brutas, recicladas o puri- 25 ficadas que es garantía de la química de la catálisis: en otras palabras, resulta posible excluir que las reacciones sean desencadenadas por sustancias extrañas presentes en la olefina;

416323

20



E) catalizador completamente recuperable y reciclable, así como también el exceso de olefina;

F) posibilidad de obtener, bajo ciertas condiciones, mezclas de disulfonatos y monosulfonatos. Ello constituye una ventaja bajo un triple aspecto: primero porque permite también la síntesis de disulfonatos además de monosulfonatos, segundo porque los disulfonatos resultan preferentes a causa de su solubilidad con respecto a los monosulfonatos, y tercero porque las mezclas de los dos compuestos pueden simplemente ser compensadas con respecto a los dos componentes a fin de obtener propiedades óptimas.

Los productos obtenidos mediante el procedimiento arriba descrito son de color blanco, no son higroscópicos y presentan un poder detergente óptimo, demostrando a la vez no ser tóxicos y ser totalmente biodegradables. Además, el procedimiento según la presente invención permite obtener productos con una solubilidad superior a la de los alcan-sulfonatos lineales primarios, debido a la presencia de 1,2 alcan-disulfonatos sódicos más solubles, lo cual actúa adicionalmente de modo significativo sobre la concentración crítica micelar, según se desprende de los ensayos experimentales de detergencia y tensión superficie-activa realizados por la propia entidad solicitante. El procedimiento permite compensar la relación monosulfonato-disulfonato a través del control de todas las condiciones operativas y particularmente del pH.

En este sentido, una acción peculiar se deduce particularmente cuando la catálisis se efectúa mediante Fe y Mn,



416323

según se desprenderá de los ejemplos que se describen a continuación.

EJEMPLO 1

En un reactor de vidrio provisto de un agitador y de un tabique antibailoteo de Teflón, de un electrodo de vidrio, de un dispositivo generador de burbujas de aire, de un embudo de carga y de un condensador productor de vapor en el fondo se disolvieron 30 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ (correspondientes a 0,3 moles de NaHSO_3) en 250 cc de H_2O y 250 cc de IPA; después se añadieron 100 cc (77 g = 0,3 moles) de una fracción olefínica $\text{C}_{15} - \text{C}_{18}$ con la siguiente composición en peso de alfa-olefinas:

$\text{C}_{15} = 25,04 \%$; $\text{C}_{16} = 25,04 \%$; $\text{C}_{17} = 20,67 \%$; $\text{C}_{18} = 11,68 \%$; consistiendo la diferencia hasta 100 en olefinas internas.

La solución se tamponó a un pH = 6 mediante 2N NaOH.

Todo ello se calentó bajo nitrógeno hasta 80°C mediante una cubierta calefactora: luego se añadieron 50 mg de MnO_2 ($0,6 \times 10^{-3}$ moles) y se inició la introducción de aire (1,5 l/h), siguiéndose iodométricamente la desaparición del bisulfito.

Durante la reacción aumentó el pH, hasta un valor de 8 - 8,5.

Después de 1 hora 30 minutos finalizó la reacción: se filtró en caliente la solución para separar el catalizador y se sometió la solución a extracción con cuatro fracciones de 80 cc de pentano.

La solución hidroalcohólica se evaporó en un plato de porcelana y el producto sólido resultante se secó ulterior-

416323 20



mente bajo vacío a 100°C.

Se obtuvieron 65 g de polvo blanco no higroscópico cuyo contenido de Na_2SO_4 era de 5,7 % en peso.

De la evaporación del pentano se recuperó el exceso de olefina (35 g), la composición de la cual era

$$C_{15} = 21,78 \% ; C_{16} = 24,56 \% ; C_{17} = 25,54 \% ; C_{18} = 11,88 \%$$

La diferencia entre los porcentajes en peso reaccionados de las olefinas C_{15} y C_{18} , expresado como Δ , fue de un 11,5 %.

10 EJEMPLO 2

Se repitió el Ejemplo 1, con la excepción de que el disolvente consistía de 200 cc de H_2O y 300 cc de IPA.

El tiempo de reacción fue de 1 hora 15 minutos, y la olefina recuperada ascendió a 31 g con la siguiente composición:

$$C_{15} = 21,33 \% ; C_{16} = 24,36 \% ; C_{17} = 25,40 \% ; C_{18} = 11,83 \%$$

El Δ fue de un 10 %.

El producto obtenido contenía un 5 % en peso de Na_2SO_4 y pesaba 67 g.

20 EJEMPLO 3

Se repitió el Ejemplo 1, con la excepción de que el disolvente consistía en 150 cc de H_2O y 350 cc de IPA.

El tiempo de reacción fue de 40 minutos y la olefina recuperada ascendió a 30 g con la siguiente composición:

$$C_{15} = 23,30 \% ; C_{16} = 24,58 \% ; C_{17} = 24,16 \% ; C_{18} = 11,10 \%$$

$$\Delta = 5,5 \%$$

Se obtuvieron 70 g de producto seco con un contenido de Na_2SO_4 igual a un 3,8 % en peso.

EJEMPLO 4

Se repitió el Ejemplo 3, con la excepción de que la solución no se tamponó al comienzo (pH de partida = 4,7).

El tiempo de reacción fue de 40 minutos y el pH ascendió durante la reacción hasta 8,5.

La olefina recuperada ascendió a 34 g y el $\Delta = 7 \%$.

Se obtuvieron 65 g de producto con un contenido de Na_2SO_4 igual a un 4,5 % en peso.

EJEMPLO 5

Se repitió el Ejemplo 1, con la excepción de que la temperatura se mantuvo a 60°C. No se empleó tampón alguno: el pH inicial fue de 4,7, pero durante la reacción disminuyó hasta 1,9, y la velocidad de la reacción disminuyó sensiblemente; después de 3 horas 40 minutos se obtuvo un producto conteniendo un 90 % en peso de Na_2SO_4 .

EJEMPLO 6

Se repitió el Ejemplo 3, con la excepción de que se empleó la olefina recuperada de reacciones precedentes y con la composición:

$C_{15} = 22,67 \%$; $C_{16} = 24,12 \%$; $C_{17} = 20,87 \%$; $C_{18} = 12,70 \%$.

También se empleó el catalizador recuperado de ensayos precedentes. El tiempo de reacción fue de 40 minutos y se obtuvieron 65 g de producto con un contenido de Na_2SO_4 igual a un 4,3 % en peso.

La olefina recuperada ascendió a 34 g con un $\Delta = 4 \%$.

EJEMPLO 7

En un reactor de vidrio provisto de un agitador, de un tabique antibailoteo de Teflón y equipado según se ha descri-

416323

20



to en el Ejemplo 1 se disolvieron 60 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ (0,6 moles) en 150 cc de H_2O y 350 cc de IPA; se añadieron 200 cc (150 g) de una fracción olefínica $\text{C}_{15} - \text{C}_{18}$ y se tamponó la mezcla a una pH inicial igual a 5,5.

5 La solución se calentó a 80°C bajo nitrógeno y, cuando la mezcla alcanzó esta temperatura, se inició la introducción de aire (3 l/h).

La desaparición del bisulfito se siguió iodométricamente: el pH se mantuvo prácticamente constante y la reacción finalizó al cabo de 2 horas 15 minutos. La separación del producto de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 1 dió lugar a 125 g de producto seco con un contenido de Na_2SO_4 igual a un 13,7 % en peso.

La olefina recuperada ascendió a 85 g.

15 La productividad fue igual 0,24 moles/h/l calculada con respecto al peso molecular medio del producto considerado como monosulfonato.

EJEMPLO 8

Se repitió el Ejemplo 7, con la excepción de que a la mezcla de la reacción se añadieron 100 mg de MnO_2 ($1,2 \cdot 10^{-3}$ moles).

Durante la reacción aumentó el pH hasta 8,5. La reacción finalizó al cabo de 45 minutos; después de haber filtrado el catalizador se separaron la olefina en exceso y el producto; se obtuvieron 62 g de olefina recuperada y también 158 g de producto seco con un contenido de Na_2SO_4 igual a un 4,3 % en peso.

En este caso, la productividad aumentó a 0,9 moles/h/l,



calculada del mismo modo que en el Ejemplo 7.

Los siguientes ejemplos muestran la posibilidad de modificar la relación monosulfonato/disulfonato mediante control del pH a la temperatura de 80°C.

5 El gráfico ilustrado en el dibujo (Fig. 1) se obtuvo de una serie de ensayos experimentales realizados mediante olefina C_{12} a diversos valores pH controlados; la relación monosulfonato/disulfonato $R = M/D$ se dedujo de los análisis C, H, S y se comparó con la obtenida de valoraciones de la
10 mezcla mediante clorohidrato de p-toluidina.

Los dos valores coincidieron muy bien entre sí.

Los siguientes dos ejemplos muestran dos casos extremos de entre las pruebas realizadas.

EJEMPLO 9

15 En el mismo aparato descrito en los ejemplos precedentes se disolvieron 30 g de $Na_2S_2O_5$ (0,3 moles) en 150 cc de H_2O y 350 cc de IPA; después se añadieron 100 cc (75 g = 0,45 moles) de alfa-olefina C_{12} y 50 mg ($0,6 \cdot 10^{-3}$ moles) de MnO_2 : la mezcla se calentó bajo N_2 hasta 80°C y luego
20 se introdujo aire (flujo = 1,5 l/h).

El pH se mantuvo aproximadamente a 4,5 mediante la introducción de burbujas de SO_2 tan pronto mostraba la tendencia a aumentar.

La reacción finalizó al cabo de 40 minutos. Entonces
25 se elevó el pH a 9 mediante NaOH, se filtró el catalizador y se separaron los productos.

Se recuperaron 50 g de olefina y 55 g de producto seco conteniendo un 5,6 % en peso de Na_2SO_4 . Del análisis resultó

416323 20



que el producto consistía casi exclusivamente de 1,2-dodecandisulfonato sódico.

Este producto es perfectamente soluble en agua, incluso en agua fría.

5 EJEMPLO 10

Se operó de la manera descrita en el Ejemplo 9, con la excepción de que el pH se mantuvo a aproximadamente 6,8 mediante NaOH.

La reacción finalizó al cabo de 45 minutos y la separación de los productos dió lugar a 31 g de olefina recuperada y 70 g de producto seco conteniendo un 3,2 % en peso de Na_2SO_4 , con la siguiente composición aproximada: monoalcan-sulfonato sódico = 210 mmoles, alcandisulfonato sódico-1,2 = 40 mmoles.

15 Detergencia:

Los productos obtenidos según el procedimiento de la invención se examinaron con respecto a sus propiedades detergentes.

Las mediciones de la detergencia se llevaron a cabo mediante un método modificado con respecto al descrito por: Harris, Brown "J. Am. Oil Chemists Society" vol. 27 página 564-70 (1950). Se empleó un tejido normalizado, tipo 101, de la EMPA Suiza, que se ensució con aceite de oliva y tinta china.

25 El lavado de las piezas se llevó a cabo en un aparato LAUNDER - O - METER (Atlas); en un recipiente de vidrio se introdujeron 210 ml de una solución del detergente en agua destilada, con un pH = 10, 8 trozos de tejido de 6 x 4 cm y

416323



10 pequeñas esferas de acero inoxidable: el lavado se realizó a 50°C durante 1 hora con el aparato en rotación (40 revoluciones por minuto).

5 Cada prueba se realizó por duplicado (2 recipientes) con un total de 16 trozos de tejido, y con tres diferentes concentraciones de sustancia activa (1,2 g/l; 0,6 g/l; 0,3 g/l).

10 Después del lavado se aclararon los trozos de tejido en agua destilada, se secaron entre dos láminas de papel de filtro, se extendieron sobre una lámina de aluminio y se secaron a 65°C en una estufa ventilada.

El grado de blancura se midió mediante reflexión con un aparato ELREPHO provisto de un filtro verde "TRISTIMULUS".

15 La comprobación se efectuó en ambas caras de cada trozo de tejido y la detergencia se obtuvo de la reflexión mediante la siguiente fórmula:

$$\bar{D} = \frac{R_L - R_{NL}}{R_B - R_{NL}} \cdot 100$$

donde

20 R_L = reflexión media del trozo de tejido lavado;

R_{NL} = reflexión media del trozo de tejido no lavado;

R_B = reflexión media del trozo de tejido blanco no ensuciado.

25 Las mediciones realizadas de acuerdo con el método arriba descrito sobre la prueba del Ejemplo 8 (con catalizador) y sobre la prueba del Ejemplo 7 (sin catalizador) proporcionaron los siguientes resultados:

416323

20



	1,2 g/l	0,6 g/l	0,3 g/l
C ₁₅ -C ₁₈ (con Mn) $\bar{D}\%$ =	48,2	50,8	46,3
C ₁₅ -C ₁₈ (sin Mn) $\bar{D}\%$ =	42,7	47,1	29,8

N O T A

5 Descrita suficientemente la naturaleza del invento,
así como la manera de ponerlo en práctica, se hace constar
que todo cuanto no altere, cambie o modifique su principio
fundamental, puede quedar sometido a variaciones de detalle.
También se hace constar que esta invención corresponde a la
10 descrita en la Solicitud de Patente No 25984 A/72, deposti-
tada en Italia en 21 de Junio de 1972, cuya prioridad se
reivindica de acuerdo con los Convenios Internacionales
en vigor, siendo lo esencial y por lo que se solicita
Patente de Invención, por veinte años, lo que queda resumi-
15 do en las siguientes reivindicaciones:

1^a.- Procedimiento para la preparación de compuestos
alquilsulfonados, y particularmente para la producción con
elevada productividad y con tiempos de reacción inferiores
a una hora, de compuestos sulfonados a partir de olefinas y
20 bisulfito de metal alcalino en un disolvente constituido por
una mezcla de agua y de al menos un alcohol en presencia
de oxígeno o de un gas que contenga oxígeno, caracterizado
porque la reacción se efectúa en presencia de al menos un
iniciador metálico constituido por un compuesto de un metal
25 de transición.

2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, carac-
terizado porque el compuesto de metal de transición se
escoge entre los metales pertenecientes a los grupos I, VII

416323

20



y VIII del sistema periódico y preferiblemente entre Cu, Mn, Fe y Co.

3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la relación molar bisulfito de metal
5 alcalino/olefina se escoge inferior a 1 y preferiblemente igual a 0,8.

4^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la mezcla del disolvente se constituye por alcohol y agua en una proporción en peso que se
10 escoge entre 1,2 y 2,5, preferiblemente igual a 1,9.

5^a.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la temperatura se mantiene inferior a 100°C, eventualmente bajo la acción de presión para mantener el sistema en
15 fase líquida.

6^a.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el bisulfito se prepara in situ haciendo reaccionar SO₂ y álcali.

20 7^a.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el valor pH se mantiene entre 2 y 8,5.

8^a.- PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPUESTOS ALQUILSULFONADOS,
25 tal y como queda descrito y reivindicado en la presente memoria que consta de veinte hojas mecanografiadas por

416323

20



una sola cara y de una lámina de dibujos.

BARCELONA, 20 de Junio de 1973.

SNAM PROGETTI S.p.A.
P.P.

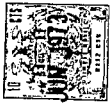
J. GOMEZ-ACEBO Y MODEI
p. p. Exp. E. Ferregüelo Colón

416323

DIAGRAMA
416323



20



20

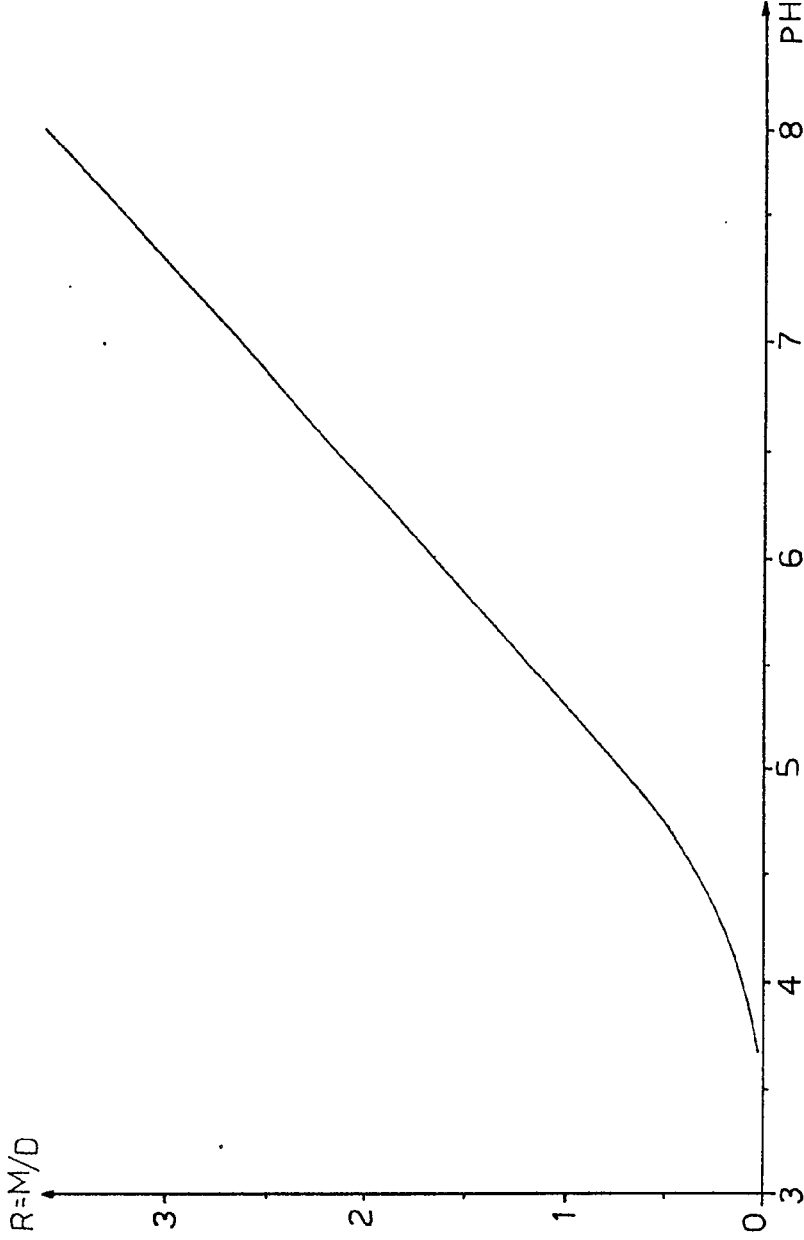


FIG. 1

BARCELONA, 20 de Junio de 1973
 SNAM PROGETTI S.p.A.
 P.P.
 J. GOMEZ-ACEVO Y MODEI
 S. P. E. T. F. S. O. A. C. O. N.

416323

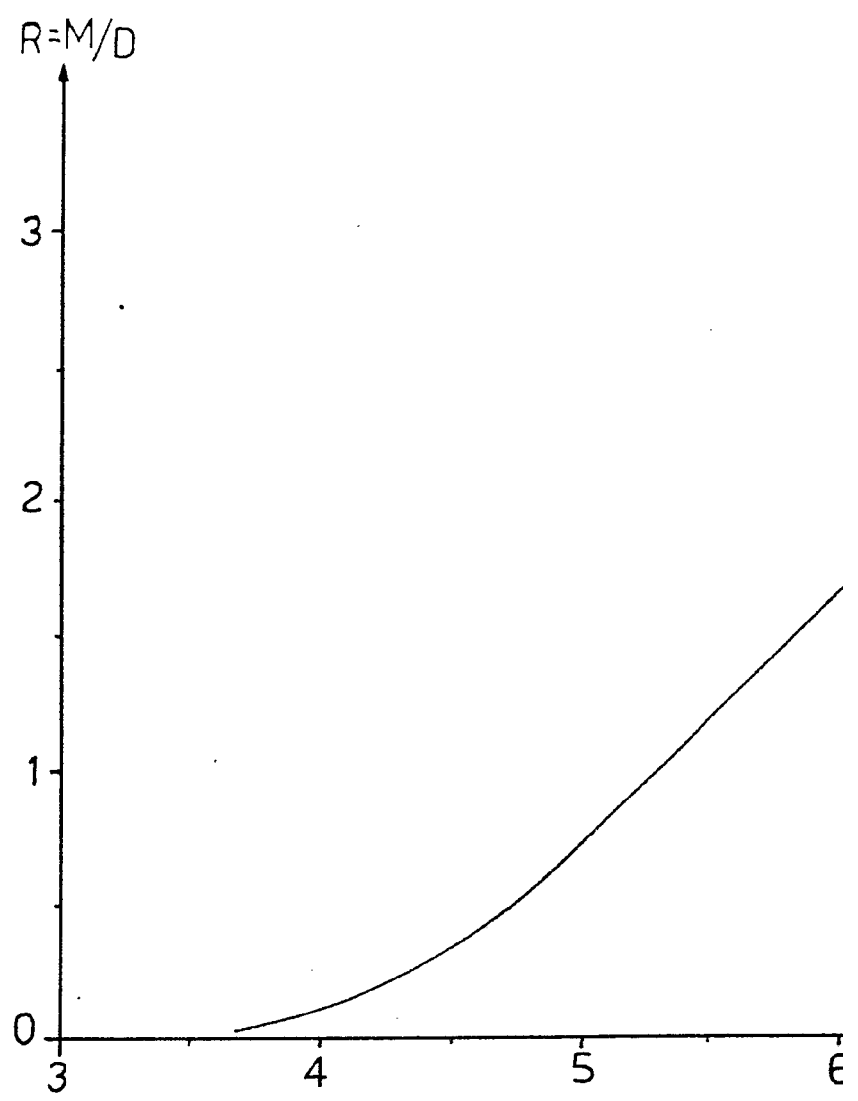


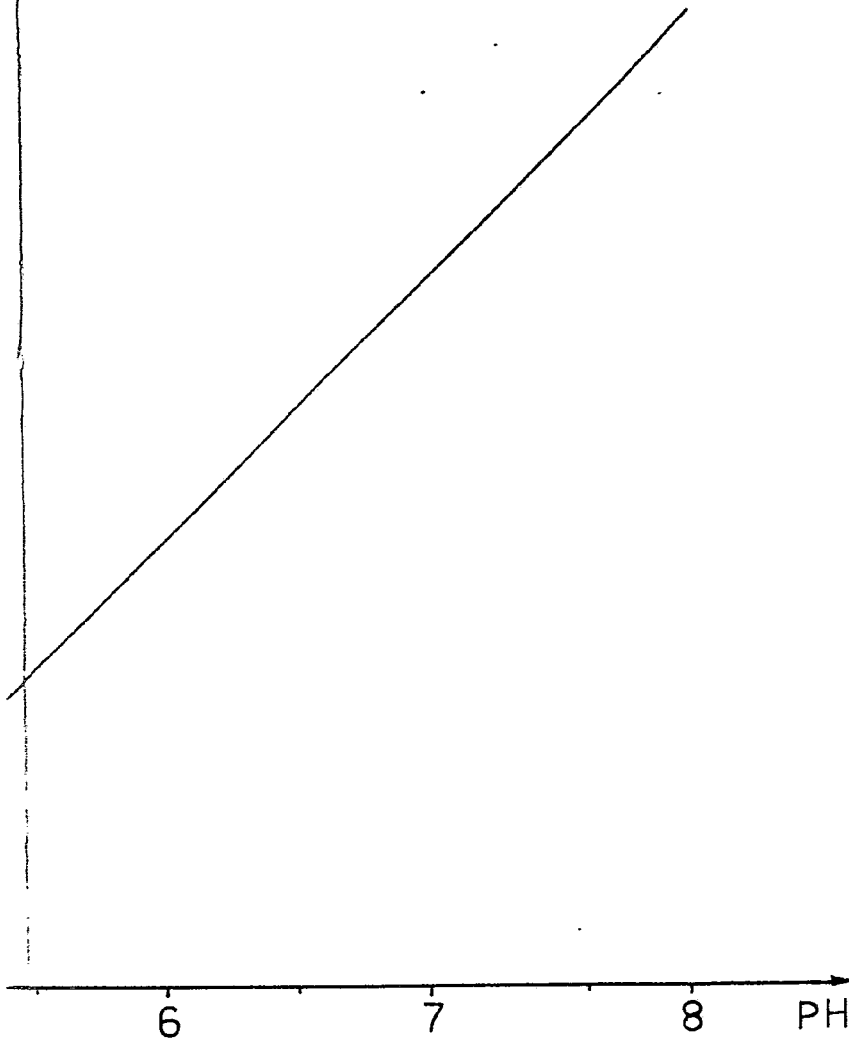
FIG. 1

DIAGRAMA 416323

20



20



BARCELONA, 20 de Junio de 1973
SNAM PROGETTI S.p.A
P.P.

J. GOMEZ-ACEBO Y MODET
D. P. fec.: E. Ferrer de la Colón