

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 742 455**

51 Int. Cl.:

C07C 303/02 (2006.01)

C08F 220/56 (2006.01)

C07C 309/15 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.09.2016 PCT/FR2016/052359**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.03.2017 WO17046546**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.09.2016 E 16781837 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.08.2019 EP 3350159**

54 Título: **Método de obtención del monómero ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico y polímero que comprende dicho monómero**

30 Prioridad:

18.09.2015 FR 1558796

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

14.02.2020

73 Titular/es:

**S.P.C.M. SA (100.0%)
ZAC de Milieux
42160 Andrézieux Bouthéon, FR**

72 Inventor/es:

**FAVERO, CÉDRICK y
KIEFFER, JOHANN**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 742 455 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método de obtención del monómero ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico y polímero que comprende dicho monómero

5

Campo de la invención

El campo de la invención se refiere a un nuevo método de obtención de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico. De forma más precisa, la invención se refiere a un método que permite obtener ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico a partir de isobutileno que tiene un contenido de buteno inferior a 100 ppm y de butadieno inferior a 100 ppm.

10

Estado anterior de la técnica

El ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico se usa en gran medida como aditivo en fibras acrílicas o incluso como materia prima para polímeros usados como agente dispersante o espesante para sectores variados tales como la cosmética o incluso la industria petrolífera.

15

Los polímeros usados de forma específica como agentes espesantes en la recuperación asistida del petróleo, se producen mediante polimerización de varios monómeros entre los cuales al menos un monómero es el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico. En general estos polímeros tienen pesos moleculares muy altos con una tasa muy baja de agentes insolubles en agua.

20

A modo de ejemplo, el documento JP2010-270170 describe la obtención de polímeros de alto peso molecular que contienen al menos ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico y su uso en la recuperación asistida del petróleo.

25

El ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico normalmente se fabrica por reacción entre acrilonitrilo, ácido sulfúrico fumante (óleum) e isobutileno en proporciones estequiometría. Sin embargo el acrilonitrilo se usa en exceso con respecto al ácido sulfúrico fumante y el isobutileno ya que desempeña el papel de disolvente de la reacción.

30

El ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico no es soluble en el disolvente acrilonitrilo, en consecuencia el producto de reacción está en forma de una suspensión de cristales en el disolvente de reacción.

A modo de ejemplo, los documentos US 6.448.347, CN101066940 y CN 102351744 describen un método de fabricación de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico de acuerdo con un modo continuo.

35

El ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico a continuación se separa del acrilonitrilo, generalmente por filtración y se puede purificar posteriormente mediante varios métodos conocidos. En efecto, una purificación es necesaria ya que una baja tasa de impurezas que provienen del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico afecta fuertemente a la polimerización, y más particularmente al peso molecular y la tasa de agentes insolubles en agua.

40

Por lo tanto con el documento WO2009/072480 que se refiere a un método de fabricación de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico (ATBS) se explica que las impurezas de IBSA (ácido 2-metil-2-propenil-1-sulfónico) e IBDSA (ácido 2-metiliden-1,3-propilendisulfónico) afectan fuertemente a la polimerización por encima de una cierta concentración.

45

Por lo tanto existen numerosos métodos de purificación. A modo de ejemplo se puede mencionar el documento US 6.331.647 que describe un método de purificación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico por recristalización de su sal de sodio, el agua siendo el disolvente de recristalización. Sin embargo, dado que las sales del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico son muy solubles en agua (> 150 g/l), el método de recristalización es complejo y repetitivo para un rendimiento que es bajo.

50

El documento US 4.337.215 describe un método de purificación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico por recristalización en ácido acético, por disolución en caliente y cristalización mediante rampa de enfriamiento. A pesar de la buena pureza del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico obtenido, el método tiene un rendimiento limitado, hace intervenir múltiples etapas de disolución/enfriamiento y requiere un tratamiento del ácido acético usado para regenerarlo por destilación antes de su reutilización posterior en un nuevo lote de recristalización del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico.

55

El documento US 2013/0137893 describe un método de purificación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico por recristalización de sus sales de sodio en un disolvente anhidro. El método es complejo recurriendo a disolventes orgánicos y bases anhídras que son difíciles de manipular. Además, este documento no menciona las impurezas creadas por adición de Michael de la base anhídrica sobre el doble enlace del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico.

60

Por lo tanto la calidad del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico sigue siendo un problema principal para la

65

fabricación de polímeros que comprenden este monómero. Por lo tanto se necesita un método sencillo para la fabricación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico de alta pureza, sin tener que recurrir a etapas de purificaciones complejas y repetitivas usando en ocasiones productos que son difíciles de manipular.

- 5 En la técnica anterior, las impurezas y la calidad del isobutileno jamás se tienen en consideración para la fabricación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico.

Exposición de la invención

- 10 La presente invención tiene como objeto un método de fabricación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico que consiste en hacer reaccionar entre ellos el acrilonitrilo, el ácido sulfúrico fumante y el isobutileno. En este método, el isobutileno contiene menos de 100 ppm de butadieno y menos de 100 ppm de buteno.

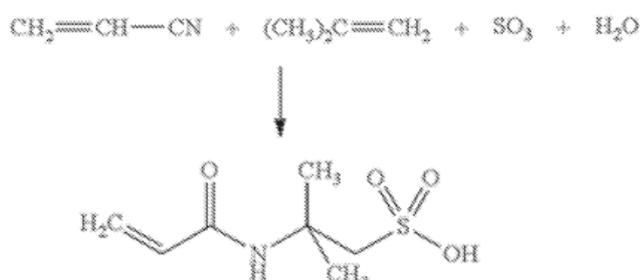
- 15 La reacción usada en el método de preparación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico responde al esquema de reacción que sigue a continuación, el que el acrilonitrilo está presente en exceso con el fin de ser a la vez del disolvente de la reacción y un reactivo. El acrilonitrilo se pone en contacto con ácido sulfúrico e isobutileno. El ácido sulfúrico usado puede comprender además proporciones variables de SO₃ libre.

- 20 De acuerdo con la invención y de manera preferente el ácido sulfúrico tiene una concentración comprendida entre un 105,6 % y un 122,5 %, que corresponde a un óleum que comprende entre un 25 % y un 100 % de SO₃ libre. Más preferentemente el ácido sulfúrico tiene una concentración comprendida entre un 105,6 % y un 113,5 %, que corresponde a un óleum que tiene una concentración comprendida entre un 25 % y un 60 % de SO₃ libre.

- 25 El porcentaje de SO₃ libre se determina con respecto al porcentaje de H₂SO₄ de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\%SO_3 = \frac{(\%H_2SO_4 - 100) + MSO_3}{MH_2O}$$

- 30 En un modo de realización particular, el de SO₃ y agua también se pueden añadir por separado. En la presente invención las formas alfa, beta o gamma del SO₃ se pueden usar indistintamente.



Esquema de reacción de la preparación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico

- 35 El método se puede realizar en funcionamiento continuo, en el que el acrilonitrilo se vierte en primer lugar y a continuación se mezcla con ácido sulfúrico árabe que se controla la temperatura en un intervalo comprendido entre -50 °C y 20 °C, preferentemente entre -20 °C y 0 °C. En una segunda etapa del isobutileno se añade a la mezcla precedente (acrilonitrilo + ácido sulfúrico fumante), la temperatura siendo controlada entre -40 y 80 °C, preferentemente entre 30 y 50 °C.

El tiempo de contacto entre el isobutileno y la mezcla precedente está comprendido en forma ventajosa entre 10 segundos y 240 minutos, preferentemente entre 10 y 120 minutos.

- 45 Las proporciones molares de los reactivos se determinan generalmente para maximizar la producción de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico. La proporción de SO₃ : isobutileno generalmente está comprendida entre 0,2:1 y 2:1, preferentemente entre 0,4:1 y 1,5:1, más preferentemente entre 0,7:1 y 1,2:1.

- 50 La proporción de acrilonitrilo : isobutileno generalmente está comprendida entre 1:1 y 20:1, preferentemente entre 6:1 y 18:1, más preferentemente entre 12:1 y 16:1.

Durante la introducción del isobutileno, los cristales del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico precipitan del medio ya que no son solubles en el disolvente acrilonitrilo, en consecuencia el producto de reacción se encuentra en

forma de una suspensión de cristales en el disolvente de reacción.

El isobutileno se puede introducir en el medio en forma gaseosa apuró o diluido con un gas neutro, o bien en forma de gas licuado, o disuelto en un disolvente. Por lo tanto la reacción introducción del isobutileno se puede realizar a presión atmosférica o bien a presión, por ejemplo hasta 1,2 MPa (12 bares relativos).

Los cristales del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico a continuación se separan del disolvente mediante una etapa de separación del líquido/sólido. A modo de ejemplo y de manera no limitante, los investigadores pueden mencionar el uso de centrifugadora, decantador, filtro de prensa, filtro de banda, filtro de discos, filtro de tambor giratorio.

Los cristales del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico a continuación se secan de forma ventajosa a presión reducida o atmosférica.

También es posible realizar el método de manera discontinua (en lotes). En efecto, el modo de producción del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico (continua o discontinua) no condiciona los beneficios que resultan de la presente invención. En otros términos, la presente invención también se usa con un método de fabricación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico en modo continuo o en modo discontinuo.

El ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico también se puede preparar de acuerdo con métodos alternativos tal como por ejemplo el que se describe en el documento CN 102952052 que reivindica el uso de anhídrido acético en cosolvente del acilonitrilo con el fin de reducir y controlar la tasa de agua en la reacción para librarse del uso de ácido sulfúrico fumante.

El isobutileno se puede fabricar de acuerdo con diferentes métodos conocidos por el experto en la materia. A modo de ejemplos y de manera no limitante, el isobutileno se puede obtener mediante la deshidratación de terc-butanol o de isobutanol, mediante la deshidrogenación de isobutano, mediante la isomerización del but-1-eno o de but-2-eno, o mediante el craqueo del metil-terc-butiléter (MTBE), etc...

Estos métodos de producción presentan el defecto de producir productos secundarios tales como buteno y butadieno. El aislamiento del isobutileno requiere etapas suplementarias que aumentaron su coste de producción.

Por buteno, los inventores hacen referencia a todas las formas no deseadas que pueden estar presentes en el isobutileno al final de su formación. Por lo tanto el buteno comprende but-1-eno; (Z)-but-2-eno, (E)-but-2-eno, estas dos últimas formas siendo isómeros.

Como ya se ha indicado, el isobutileno se puede purificar con el fin de reducir la tasa de buteno y de butadieno. El experto en la materia conoce los diferentes métodos de purificación que existen. A modo de ejemplo y de manera no limitante, los inventores pueden mencionar el documento US 2014/0051819, que describe una purificación por absorción de la mezcla impura de isobutileno mediante tamiz molecular.

En los documentos US 3.479.416 y US 6.242.661 también se describen otros métodos de purificación del isobutileno.

La solicitante ha descubierto de manera sorprendente que el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico de alta pureza se podía obtener controlando las tasas de buteno y de butadieno contenidas en el isobutileno usado como reactivo.

Por lo tanto, la pureza del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico que resulta del método de acuerdo con la invención es de forma ventajosa superior a un 99,5 %.

De acuerdo con la invención, el isobutileno comprende menos de 100 ppm de buteno, preferentemente menos de 10 ppm.

De acuerdo con la invención, el isobutileno comprende menos de 100 ppm de butadieno, menos de 10 ppm. Las ppm son en masa. En el presente documento, se expresan con respecto a la masa del isobutileno.

La cantidad de buteno y de butadieno se mide de forma ventajosa mediante cromatografía en fase gaseosa.

El método objeto de la invención también puede comprender una etapa de formación de una sal del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico una vez que se ha formado. En general se trata de una etapa de neutralización del grupo funcional ácido $-SO_3H$ del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico. Esta etapa puede consistir en neutralizar una parte o todos los grupos funcionales ácidos. En particular permite formar una sal de metal alcalino, una sal de metal alcalinotérreo o una sal de amonio por ejemplo.

La pureza de la sal de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico que resulta del método de acuerdo con la invención también es de forma ventajosa superior a un 99,5 %.

La presente invención también se refiere a la obtención de un polímero que comprende al menos como monómero ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico, o sus sales, en el que el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico se obtiene de acuerdo con el método que se ha descrito anteriormente.

5 Este método de preparación de un polímero comprende las siguientes etapas:

- preparación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico por reacción entre ellos del acrilonitrilo, del ácido sulfúrico fumante y del isobutileno, el isobutileno conteniendo menos de 100 ppm de butadieno y menos de 100 ppm de buteno;
- polimerización del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico, y/o de su forma neutralizada, solo o en combinación con otros monómeros.

15 De acuerdo con un modo de realización particular, el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico, y/o su forma neutralizada, se puede polimerizar en combinación con al menos un monómero no iónico.

De acuerdo con otro modo de realización particular, el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano, y/o su forma neutralizada, sulfónico se puede polimerizar en combinación con al menos un monómero catiónico.

20 De acuerdo con otro modo de realización particular, el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico y/o su forma neutralizada, se puede polimerizar en combinación con al menos un monómero aniónico.

25 Por lo tanto, este método puede permitir la obtención de un polímero de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico, y/o su forma neutralizada, y al menos: un monómero no iónico y/o un monómero catiónico y/o un monómero aniónico.

30 Por lo tanto, opcionalmente, el polímero obtenido de acuerdo con el método de la invención puede comprender al menos un monómero no iónico que de forma ventajosa se selecciona entre el grupo que comprende acrilamida, metacrilamida, ésteres de alquil hidroxilo de ácido acrílico, ésteres de alquil hidroxilo de ácido metacrílico, N-vinil pirrolidona, N-vinil formamida y metacrilato de polietilenglicol. Preferentemente, el monómero no iónico es acrilamida.

35 Opcionalmente el polímero obtenido de acuerdo con el método de la invención puede comprender al menos un monómero aniónico que de forma ventajosa se selecciona entre el grupo que comprende ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido alil sulfónico, o sales de los mismos. Precedentemente, el monómero aniónico es ácido acrílico o una sal del mismo.

40 Opcionalmente el polímero obtenido de acuerdo con el método de la invención puede comprender al menos un monómero catiónico que de forma ventajosa selecciona entre el grupo que comprende acrilato de dimetil aminoetil (ADAME) cuaternizado o salificado, metacrilato de dimetil aminoetil (MADAME) cuaternizado o salificado, dialildimetilamina clorada (DADMAC), acrilamidopropil trimetilamina clorada (APTAC) y metacrilamidopropil trimetilamina cuaternizado o salificado (MAPTAC).

45 Los polímeros obtenidos con el método se pueden usar como agentes dispersantes, coagulantes, floculantes o agentes espesantes. Son hidrosolubles o se pueden hinchar en agua.

Los polímeros obtenidos con el método pueden ser lineales, ramificados, reticulados, de tipo peine.

50 Los polímeros que se han descrito anteriormente son útiles en los campos de la recuperación asistida del petróleo y del gas (perforación, fracturación hidráulica, EOR, reducción por arrastre), tratamiento del agua, agricultura, papel, minería, cosmética, detergentes, textiles, construcción.

Ejemplos

Protocolo de preparación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico

55 En un reactor agitado de 2000 ml con una doble envoltura, se añaden 1525 gramos de acrilonitrilo y 117,2 gramos de ácido sulfúrico fumante con una titulación de un 103 % de H₂SO₄ (13 % de óleum). La mezcla se agita y se enfría con la doble envoltura del reactor que se mantiene a -20 °C.

97 gramos de isobutileno se añaden a la mezcla precedente, con un caudal de 1,6 gramos/minuto.

60 La temperatura de la mezcla se controla a 45 °C durante la introducción del isobutileno. Los cristales del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico precipitan en la mezcla y la tasa de sólido es de aproximadamente un 20 % en peso. La mezcla se filtra sobre un filtro de tipo Buchner, y los cristales de color blanco se lavan 2 veces con 300 gramos de acrilonitrilo virgen.

65 Los sólidos obtenidos se secan a vacío a 50 °C durante dos horas.

ES 2 742 455 T3

La pureza del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico se mide con el método de HPLC (cromatografía en fase líquida de alto rendimiento) de acuerdo con las siguientes condiciones:

- 5 • Columna ODS-3 (marca registrada de GL Science);
- Fase móvil: agua con un 0,03 % de ácido trifluoroacético / Acetonitrilo (proporción de masa de 90/10);
- Caudal de fase móvil: 0,8 ml/minuto;
- Longitud de onda de detección: 200 nm.

10 Las medidas de las cantidades de buteno y de butadieno se realizaron mediante cromatografía en fase gaseosa en las siguientes condiciones:

- 15 • Columna Petrocol DH, 100 m x 0,25 mm de DI, 0,5 µm de película;
- Horno: de -50 °C (10 min) a 75 °C con un gradiente de 5 °C/min;
- Detector: FID;
- Volumen la inyección: 250 µl;
- Gas vector: Helio;
- Proporción de división: 100:1.

20 Diferentes purezas de isobutileno y de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico se sometieron a ensayo de acuerdo con el protocolo que sigue a continuación.

	Pureza del isobutileno		Pureza del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico
	Cantidad de buteno	Cantidad de	
Ejemplo 1	1	1	99,8
Ejemplo 2	20	10	99,7
Ejemplo 3	8	3	99,8
Ejemplo 4	4	2	99,8
Ejemplo 5	200	120	99,4
Ejemplo 6	800	520	99,1 %
Ejemplo 7	1250	1100	98,5 %

25 Tabla 1: pureza del isobutileno y del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico obtenido a partir de isobutileno

A partir de los resultados, aparece claramente que el ácido de 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico es de mejor pureza si las impurezas contenidas en el isobutileno se controlan a una tasa inferior a 1000 ppm.

30 La diferencia de pureza entre los ejemplos 1 a 6 y el ejemplo 7 es significativa en este campo de la producción de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico.

Protocolo de polimerización de un copolímero de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico y acrilamida

35 En 60 gramos de agua se añaden 40 gramos diácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico obtenidos de acuerdo con los ejemplos 1 a 5. Una solución cáustica a un 50 % en peso de NaOH se añade con el fin de controlar el pH a 8. A continuación se añade agua con el fin de ajustar la concentración de la sal de sodio del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico a un 35 % en peso.

40 Se añaden 55,6 gramos de una solución acuosa de acrilamida a un 40 % en peso, y una cantidad suplementaria de agua se añade de nuevo con el fin de ajustar la cantidad total de monómeros a un 35 % en peso.

Se añaden 700 mg de un iniciador azoico, de una vez a la mezcla precedente.

45 Se añaden 730 mg de persulfato de sodio así como 700 mg de sulfito de sodio con el fin de iniciar la polimerización. La reacción se acaba después de 3 horas. A continuación el gel obtenido se corta, se seca y se tamiza.

Protocolo de ensayo viscosidad UL

50 Se añaden 500 mg de polímero en 490 ml de una solución de agua desionizada. Después de la disolución completa del polímero se añaden 29,25 gramos de NaCl.

La viscosidad se mide con la ayuda de un viscosímetro Brookfield digital DVII+ con respecto a la velocidad de rotación de 60 vueltas/minuto a 25 °C (módulo UL).

55

Protocolo de tasa de ensayo de compuestos insolubles en agua

1 gramo de polímero se disuelve en 200 ml de una solución de agua desionizada. Una tela metálica que tiene un tamaño de poro de 200 µm se seca y se pesa para conocer su masa m1.

5 La solución de polímero a continuación se filtra sobre la tela metálica.

La tela metálica a continuación se seca en el horno a 105 °C durante 4 horas, y a continuación se pesa para conocer la masa m2.

10 La tasa de compuestos insolubles se calcula de acuerdo con la fórmula:
 $\% \text{ Insolubles} = 100 * (M2 - M1)$

Los resultados del conjunto de los polímeros se proporcionan en la tabla 2. El rendimiento de los polímeros se evaluó midiendo su viscosidad directamente relacionada con el peso molecular que se desea para los como el más elevado. También se evaluó midiendo la tasa de compuestos solubles que se desea que sea lo más baja posible.

15

	Origen del ácido 2-	Viscosidad UL	Tasa de compuestos insolubles
Polímero 1	Ejemplo 1	5,2	0
Polímero 2	Ejemplo 2	4,8	0,01
Polímero 3	Ejemplo 3	5,0	0,008
Polímero 4	Ejemplo 4	5,1	0
Polímero 5	Ejemplo 5	4,6	0,1
Polímero 6	Ejemplo 6	4,4	1
Polímero 7	Ejemplo 7	4	3

20 Tabla 2: Viscosidad UL y tasare con costos insolubles de los polímeros obtenidos a partir de los diferentes ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónicos.

Los polímeros obtenidos a partir del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico de acuerdo con la invención tienen rendimientos mejorados, a la vez en términos de viscosidad UL y de tasa de compuestos insolubles.

25 Los ejemplos 8 y 9 que siguen a continuación tienen como objeto demostrar que la fabricación de ATBS de acuerdo con la invención permite obtener polímeros sin necesitar una etapa de purificación compleja y repetitiva.

Ejemplo 8: purificación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico obtenido de acuerdo con el ejemplo 7 de acuerdo con el documento de patente US 4.337.215.

30

En un reactor agitado de 2000 ml con una doble envoltura, se añaden 1350 gramos de ácido acético glacial así como 150 gramos de agua.

35 500 gramos del monómero obtenido en el ejemplo 7 se añaden en el reactor. La suspensión obtenida de ese modo se agita.

La mezcla se calienta a 90 °C con el fin de disolver totalmente el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico.

40 Después de la disolución, la mezcla se enfría a una velocidad de 2 °C/ 5 minutos, hasta una temperatura final de 15 °C. La suspensión de cristales se mantiene a 15 °C durante 1 hora, y a continuación se filtra sobre un filtro Buchner. Los cristales obtenidos se lavan 2 veces con 300 gramos de ácido acético glacial.

Los cristales se secan a vacío a una temperatura de 60 °C durante 3 horas.

45 Los cristales secos tienen un peso de 343 gramos, es decir un rendimiento de un 68 %. La pureza es de un 99,3 %, es decir una pureza que corresponde a la obtenida de acuerdo con el método de acuerdo con la invención, en particular en los ejemplos 5 y 6 para los cuales no se realiza ninguna etapa de purificación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico.

50 Ejemplo 9

El monómero purificado obtenido en el ejemplo 8 se copolimeriza de acuerdo con el protocolo que se ha descrito anteriormente. Los resultados de la viscosidad UL así como la tasa de compuestos insolubles se mencionan en la tabla 3 que sigue a continuación.

55

	Origen del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico	Viscosidad UL (cps)	Tasa de compuestos insolubles en agua (%)
Polímero 8	Ejemplo 8	4,5	0,12

Tabla 3: Viscosidad UL y tasa de compuestos insolubles del polímero obtenido del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico el ejemplo 8.

- 5 El polímero 8 tiene propiedades similares a las del polímero 5, pero el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico usado para producirlo se debió someter a una etapa de purificación, lo que no es el caso para el polímero 5.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Método de fabricación de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico que consiste en hacer reaccionar entre ellos acrilonitrilo, ácido sulfúrico fumante e isobutileno *caracterizado por que* el isobutileno contiene menos de 100 ppm de butadieno y menos de 100 ppm de buteno.
2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, *caracterizado por que* comprende una etapa de formación de una sal del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico una vez que se ha formado.
- 10 3. Método de preparación de un polímero que comprende las siguientes etapas:
- preparación del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico de acuerdo con la reivindicación 1;
 - polimerización del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico solo o en combinación con otros monómeros.
- 15 4. Método de acuerdo con la reivindicación 3, *caracterizado por que* el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico, y/o su forma neutralizada, se polimeriza en combinación con al menos un monómero no iónico.
- 20 5. Método de acuerdo con la reivindicación 3 o 4, *caracterizado por que* el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico, y/o su forma neutralizada, se polimeriza en combinación con al menos un monómero catiónico.
6. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 3 a 5, *caracterizado por que* el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico, y/o su forma neutralizada, se polimeriza en combinación con al menos un monómero aniónico.
- 25 7. Método de acuerdo con la reivindicación 1, *caracterizado por que* el ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico resultante de la reacción entre ellos de acrilonitrilo, ácido sulfúrico fumante e isobutileno presenta una pureza superior a un 99,5 %.