

РЕПУБЛИКА БЪЛГАРИЯ

(19) BG

(11) 64280 B1
7(51) C 07 D 285/16



ОПИСАНИЕ КЪМ ПАТЕНТ

ЗА

ИЗОБРЕТЕНИЕ

ПАТЕНТНО ВЕДОМСТВО

(21) Регистров № 104121
(22) Заявено на 03.02.2000
(24) Начало на действие
на патента от: 25.07.98

Приоритетни данни

(31) 19735682 (32) 19.08.97 (33) DE

(41) Публикувана заявка в
бюлетин № 9 на 29.09.2000
(45) Отпечатано на 31.08.2004
(46) Публикувано в бюлетин № 8
на 31.04.2004
(56) Информационни източници:
DE 2710382

(62) Разделена заявка от рег. №

(73) Патентоприитежател(и):
BASF AKTIENGESELLSCHAFT,
LUDWIGSHAFEN,
CARL-BOSCH-STRASSE 38 (DE)

(72) Изобретател(и):
Hans Rupert Merkle
Ludwigshafen
Otto Woerz
Friedelsheim
Erich Fretschner
Neckarsteinach
Hanspeter Hansen
Albrecht Mueller
Ludwigshafen
Kurt Benz
Roemerberg (DE)

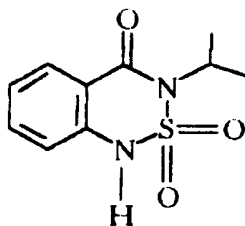
(74) Представител по индустриална
собственост:
Правда Георгиева Бойкова, 1000 София,
ул. "Хан Аспарух" 26

(86) № и дата на РСТ заявка:
PCT/EP1998/004664, 25.07.1998

(87) № и дата на РСТ публикация:
WO1999/009019, 25.02.1999

(54) МЕТОД ЗА ПОЛУЧАВАНЕ НА 3-ИЗОПРОПИЛ-1Н-2,1,3-БЕНЗОТИАДИАЗИН-4(3Н)-ОН-2,2-ДИОКСИД

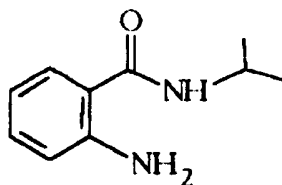
(57) Изобретението се отнася до метод за получаване на посоченото в заглавието съединение или негова сол с формула



По метода изопропиламид на антраниловата киселина с формула

BG 64280 B1

64280



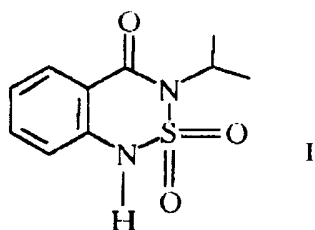
взаимодейства едновременно със серен триоксид или хлорсулфонова киселина в присъствие на органична основа, или с адукти на серен триоксид с органични основи и с фосфорен оксихлорид при температура от 50°C до температурата на кипене под обратен хладник. След това по избор продуктът може да се превърне в негова сол.

10 претенции

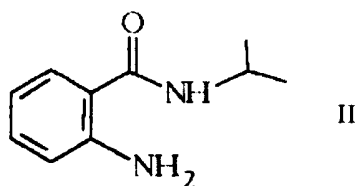
(54) МЕТОД ЗА ПОЛУЧАВАНЕ НА 3-ИЗО-ПРОПИЛ-1Н-2,1,3-БЕНЗО-ТИАДИАЗИН-4(3Н)-ОН-2,2-ДИОКСИД

Област на техниката

Изобретението се отнася до нов метод за получаване на 3-изопропил-1Н-2,1,3-бензотиадиазин-4(3Н)-он-2,2-диоксид с формула (I) или на сол на съединение с формула I



при който изопропиламид на антра-
ниловата киселина с формула II



взаимодействия едновременно със серен триоксид или хлорсулфонова киселина в присъствие на органична база или с адукти на серен триоксид с органични бази и с фосфорен оксихлорид при температура от 50°C до температурата на кипене под обратен хладник и при желание продуктът се превръща в негова сол.

Предшестващо състояние на техниката

Известно е, че 2,1,3-бензотиадiazин-

4-он-2,2-диоксидни производни се получават при взаимодействие на производни на ан-траниламид с производни на серен триоксид в присъствие на органична база при 0°C до стайна температура, до получаване на съответните соли на сулфаминовата киселина, след което се провежда циклизиране на тези соли (DE-A 27 10 382).

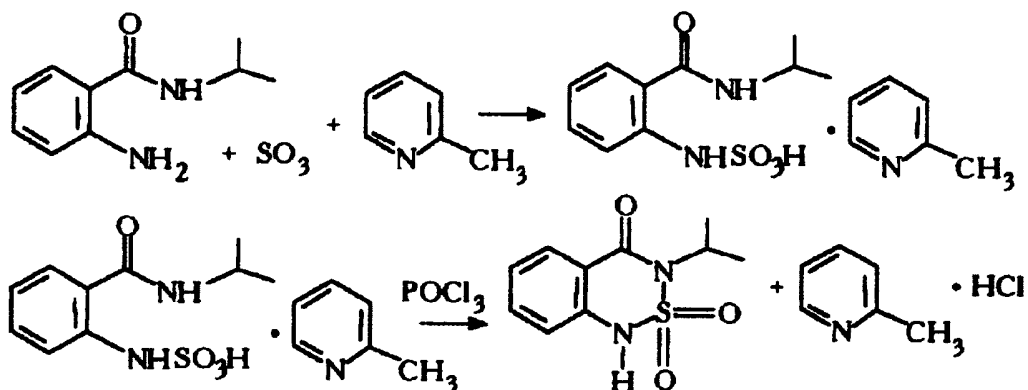
Тъй като при този метод трябва да се използват соли, съответно суспензии, то получаването на съединение с формула I или на неговите соли се усложнява. Също така чистотата на полученото по този метод съединение с формула I или на неговите соли не е задоволителна. Освен това е известно, че солите на сулфаминовата киселина не са стабилни при повишена температура.

Настоящото изобретение има за цел да създаде опростен, икономически изгоден и приложим в индустриален мащаб метод за получаване на съединение с формула I или на негови соли, при който да се получава продукт със задоволителна чистота.

Техническа същност на изобретението

Съгласно изобретението е създаден метод за получаване на 3-изопропил-1Н-2,1,3-бензотиадиазин-4(3Н)-он-2-, диоксид с формула (I), който се състои в това, че изходните продукти се прибавят едновременно, в присъствие на база, и взаимодействат при температура от 50°C до температурата на кипене на реакционната смес под обратен хладник.

Когато се използва 2-пиколин като база, взаимодействието може да се представи чрез следната реакционна схема



Методът съгласно изобретението се характеризира с това, че в един етап при температура от 50°C до температурата на кипене се образува *in situ* съответната сол на сулфаминовата киселина, която веднага се циклизира с наличния фосфорен оксихлорид до получаване на съединение с формула I.

Взаимодействието може да протече между чисти вещества или техни разтвори. Като разтворители са подходящи инертни органични разтворители, например, алифатни въглеводороди, като пентан, хексан, хептан или октан, халогенирани алифатни въглеводороди, като метиленхлорид, хлороформ, тетрахлорметан, 1,2-дихлоретан или дихлорпропан, халогенирани ароматни въглеводороди, като хлорбензен или дихлорбензен, етер, като диетиленетер или метил-трет. бутиленетер, амиди, като диметилформамид или техни смеси.

Предпочита се провеждане на взаимодействието в разтвор, по-специално в халогениран органичен разтворител, т. е. в халогениран алифатен или ароматен разтворител. За предпочитане се използват халогенирани алифатни разтворители, по-специално 1,2-дихлоретан.

По метода съгласно изобретението могат да се използват например следните органични бази: триалкиламин, като триметиламин, триетиламин, диметилетиламин, диметилпропиламин, диметилбутиламин, диметилциклохексиламин или трибутиламин; N-метилморфолин, N-етилморфолин или N-метилпиперидин; N,N-диалкиланилин, като диметиланилин, диетиламин, метилетиламин, N,N-диалкиламид, като диметилформамид или диметилацетамид, тетраалкилкарбамид, като напр. тетраметилкарбамид или тетраетилкарбамид; или ароматна органична база, като пиридин, заместен пиридин, напр. 2-пиколилин, 3-пиролин или 4-пиколилин, хинолин, лутидин, хиналдин или смеси от тях.

За предпочитане като бази се използват ароматни органични бази, по-специално пиридин или заместени пиридини. Особено се предпочита използването на 2-пиколилин.

Целесъобразно е взаимодействието да се проведе при използване на 2.0 до 1.0 mol, за предпочитане 1.4 до 1.1 mol серен триок-

сид и 4.0 до 1.6 mol от една от посочените по-горе бази в инертен при реакционните условия разтворител, както е посочено по-горе, до получаване на сериния триоксид. Възможно е обаче също самостоятелно получен адукт на серен триоксид в инертен при реакционните условия разтворител, в даден случай при прибавяне на съответна база, да се разтвори и този разтвор да се подложи на следващо взаимодействие. Към разтвора на адукта от серен триоксид се прибавя едновременно при температура от 50°C до температурата на кипене под обратен хладник, за предпочитане при 65°C до 85°C, 1 mol изопропиламин на антраниловата киселина с формула II в разтвор или във вид на чисто вещество, и 2.0 до 0.3 mol, по-специално 1.2 до 0.5 mol фосфорен оксихлорид. Тази смес се разбърква при температура от 50°C до температурата на кипене, за предпочитане при 65°C до 85°C, в продължение на 30 min до 6 h, по-специално за 30 min до 4 h. След това реакционната смес се хидролизира с вода при посочената реакционна температура или след охлаждане и се разработва. За целта органичната фаза се отделя, промива се с вода и се екстрахира с водна база, например неорганична база, като натриев хидроксид, калиев хидроксид, магнезиев хидроксид, амониев хидроксид, натриев карбонат, калиев карбонат, магнезиев карбонат, натриев хидрогенкарбонат, калиев хидрогенкарбонат и други и вода, или например с органична база, като диетиламин, триметиламин или диетаноламин и подобни. Този, получен чрез екстракция, воден разтвор на солта на съединение с формула I може да съдържа също разтворител, който може да се отстрани чрез дестилация. Полученият разтвор на солта на съединението с формула I може след това да се преработи по-нататък според целите за приложение в съответните форми за приложение.

Възможно е обаче, също от получения чрез екстракция воден разтвор на солта на съединение с формула I, да се отстранят напълно остатъците от разтворител и водата и получената сол на съединение с формула I да се преработи по-нататък до желаните форми за приложение.

Освен това е възможно полученият чрез екстракцията воден разтвор на солта на съе-

динение с формула I да се подложи на подкисляване, например със солна, сярна или фосфорна киселина. Получаващата се утайка от съединение с формула I се отделя на смукателен филтър, в даден случай се промива и се суши. Така полученото съединение с формула I може да се преработи в подходящите за приложение форми.

За предпочитане взаимодействието се провежда при използване на 2.0 до 1.0 mol, за предпочитане 1.4 до 1.1 mol серен триоксид и 4.0 до 1.6 mol 2-пиколин в 1,2-дихлоретан до получаване на адукта на серния триоксид. Към този разтвор се прибавя едновременно при температура от 50°C до температурата на кипене под обратен хладник, за предпочитане при 65°C до 85°C, 1 mol изопропиламид на антранилова киселина с формула II в 1,2-дихлоретан, и 2.0 до 0.3 mol, по-специално 1.2 до 0.5 mol фосфорен оксихлорид. Тази смес се разбърква за предпочитане при температура от 65°C до 85°C в продължение на 30 min до 6 h, по-специално 30 min до 4 h. След това реакционната смес се разработва, както е описано по-горе, до получаване на продукта.

Също така е целесъобразно взаимодействието да се проведе при едновременно взаимодействие на 2.0 до 1.0 mol, за предпочитане 1.4 до 1.2 mol серен триоксид и 4.0 до 1.6 mol от една от посочените по-горе бази, 1 mol изопропиламид на антранилова киселина с формула II и 2.0 до 0.3 mol, по-специално 1.2 до 0.5 mol фосфорен оксихлорид, в инертен при реакционните условия разтворител, както е посочено по-горе, при температура от 50°C до температурата на кипене под обратен хладник, за предпочитане при 65°C до 85°C. Тази смес се разбърква при температура от 50°C до температурата на кипене под обратен хладник, за предпочитане от 65°C до 85°C, в продължение на 30 min до 6 h, по-специално 30 min до 4 h. След това реакционната смес се разработва, както е описано по-горе, до получаване на продукта.

За предпочитане взаимодействието се провежда при едновременно взаимодействие на 2.0 до 1.0 mol, за предпочитане 1.4 до 1.1 mol серен триоксид и 4.0 до 1.6 mol 2-пиколин в 1,2-дихлоретан, 1 mol изопропиламид на антранилова киселина с формула II в 1,2-дихлоретан и 2.0 до 0.3 mol, по-специално

1.2 до 0.5 mol фосфорен оксихлорид при температура от 50°C до температурата на кипене под обратен хладник, за предпочитане при 65°C до 85°C. Тази смес се разбърква при температура от 50°C до температурата в продължение на 30 min до 6 h, по-специално 30 min до 4 h. на кипене под обратен хладник, за предпочитане от 65°C до 85°C, в продължение на 30 min до 6 h, по-специално 30 min до 4 h. След това реакционната смес се разработва, както е описано по-горе, до получаване на продукта.

При провеждане на взаимодействието обичайно се избира съотношението на базата, по-специално 2-пиколин, и серния триоксид да бъде около 2:1.

Възможно е обаче вместо серен триоксид да се използва хлорсулфонова киселина. В този случай съотношението на базата, по-специално 2-пиколин, спрямо хлорсулфоновата киселина, е около 3:1. При този случай е подходящо съотношението на получения серен триоксиден адукт и органичната база, по-специално 2-пиколин, да бъде от около 1:1.

По правило разтворът на базата в органичен разтворител, като напр. на 2-пиколин в 1,2-дихлоретан, е 30 до 10%, за предпочитане 25 до 15 %.

Освен това разтворът на изопропиламида на антраниловата киселина с формула II в органичен разтворител, като напр. в 1,2-дихлоретан, е 25 до 5 %, за предпочитане 20 до 8 %.

Използваната база, като 2-пиколин, и използваният разтворител, като 1,2-дихлоретан, могат да се регенерират и да се използват отново при метода.

Обикновено се използват сухи реагенти (несъдържащи вода), като разтворители и други.

Методът може да се проведе по прекъснат или непрекъснат начин, например в каскада от котли с разбъркване. За предпочитане методът се провежда по непрекъснат начин.

За целта при температура от 50°C до температурата на кипене под обратен хладник, за предпочитане при 65°C до 85°C, 1 mol/h изопропиламид на антранилова киселина в инертен разтворител и адукт на серен триоксид, получен от 2.0 до 1.0 mol,

за предпочитане 1.4 до 1.1 mol серен триоксид и 4.0 до 1.6 h база, както е посочено по-горе, взаимодействат в инертен разтворител едновременно с 2.0 до 0.3 mol, по-специално 1.2 до 0.5 mol/h фосфорен оксихлорид в многостъпален каскаден реактор с 2 до 6 стъпала, по-специално в тристъпален котлен каскаден реактор с разбъркване, за непрекъснат процес, при среден престой 6.0 до 0.5 h, по-специално 4.0 до 0.5 h. Получаващият се "поток на продукта" се хидролизира непрекъснато с вода при рН стойност от 0 до 1.5. След разделяне на фазите органичната фаза се екстрахира с база, например натриева основа, калиева основа, воден разтвор на амоняк, диетаноламин при рН 6 до 9. Тази водна фаза след това се освобождава непрекъснато от остатъците на органичен разтворител, например чрез дестилиране. Полученият разтвор на солта на съединение с формула I може след това да се преработи в желаните форми за приложение.

Разтвор на адукта на серен триоксид в инертен разтворител може да се получава при движение в кръговрат непрекъснато при температура 30 до 60°C, за предпочитане при 35 до 50°C. За целта се въвежда непрекъснато разтворена в инертен разтворител база, например от описаните по-горе, и серен триоксид, в даден случай разтворен в инертен разтворител. Чрез помпа реакционната смес се разбърква интензивно. Полученият разтвор на адукта на серен триоксид е хомогенно течен и се въвежда непрекъснато.

За регенериране на въведената база се използва получената при хидролизата водна фаза с рН 10 до 11 и се екстрахира с разтворител, както е описано по-горе. Тази смес от база/разтворител се суши и в даден случай след прибавяне на база или разтворител се нагласява така, че да може да се въведе отново в процеса.

За регенериране на разтворителя отработилата органична фаза в даден случай се суши и дестилира.

За предпочитане взаимодействието се провежда при едновременно взаимодействие на 1 mol/h изопропиламин на антранилова киселина в 1,2-дихлоретан, 2-пиколин/адукт на серен триоксид - получен от 2.0 до 1.0 mol/h, за предпочитане 1.4 до 1.1 mol/h серен триоксид и 4.0 до 1.6 mol/h 2-пиколин

в 1,2-дихлор-етан, и 2.0 до 0.3 mol/h, по-специално 1.2 до 0.5 mol/h фосфорен оксихлорид при температура от 50°C до температурата на кипене под обратен хладник, за предпочитане при 65°C до 85°C и особено при температура от 70°C до 85°C. След това реакционната смес се разработва, както е описано по-горе, до получаване на продукта.

Също така при един прекъснат метод, вместо серен триоксид, може да се използва хлорсулфонова киселина.

Полученият по този метод 3-изопропил-1Н-2,1,3-бензотиадиазин-4(3Н)-он-2,2-диоксид и неговите соли са известни растителнозащитни средства.

Примери за изпълнение на изобретението

Примери за получаване

Пример 1. Към 242.0 g от 18.5% разтвор на 2-пиколин в 1,2-дихлоретан при 70°C в продължение на 5 min се прибавят едновременно на капки 19.2 g серен триоксид, 285.0 g от 12.5% разтвор на изопропиламин на антраниловата киселина в 1,2-дихлоретан и 30.7 g фосфорен оксихлорид. При това температурата се повишава до 80°C. След разбъркване в продължение на 3 h под обратен хладник се прибавя 300 ml вода и органичната фаза се отделя. Последната се екстрахира след това с натриева основа. Водната фаза се подкислява със сярна киселина и след това се екстрахира с 1,2-дихлоретан. Получената органична фаза се подлага за изпаряване.

Добив: 44.7 g 3-изопропил-1Н-2,1,3-бензотиадиазин-4(3Н)-он-2,2-диоксид (чистота 92.2%).

Пример 2. Към 312.0 g от 18.5% разтвор на 2-пиколин в 1,2-дихлоретан при 70°C в продължение на 5 min се прибавят едновременно на капки 30.0 g хлорсулфонова киселина, 285.0 g от 12.5% разтвор на изопропиламин на антраниловата киселина в 1,2-дихлоретан и 30.7 g фосфорен оксихлорид. След разбъркване в продължение на 3 h под обратен хладник се прибавя 200 ml вода и органичната фаза се отделя. Последната се екстрахира след това с натриева основа. Водната фаза се подкислява със сярна киселина и след това се екстрахира с 1,2-дихлоретан. Получената органична фаза се подлага на изпаряване.

Добив: 43.3 g 3-изопропил-1Н-2,1,3-бензотиадазин-4(ЗН)-он-2,2-диоксид (чистота 94.8%).

Пример 3. Към 121.0 g от 18.5% разтвор на 2-пиколин в 1,2-дихлоретан при стайна температура се прибавя на капки 19.2 g 50 % разтвор на серен триоксид. Тази реакционна смес се смесва при температура 70 до 80°C едновременно със 140,0 g от 12.5% разтвор на изопропиламид на антраниловата киселина в 1,2-дихлоретан и с 15.3 g фосфорен оксихлорид. След разбъркване в продължение на 3 h под обратен хладник сместа се охлажда до стайна температура и се смесва със 150 ml вода. Органичната фаза се отделя и се екстрахира с натриева основа. Получената водна фаза се подкислява със сярна киселина и след това се екстрахира с 1,2-дихлоретан. Получената органична фаза се подлага на изпаряване.

Добив: 22.8 g 3-изопропил-1 Н-2,1,3-бензотиадазин-4(ЗН)-он-2,2-диоксид (чистота 89.4 %).

Пример 4. Към 242.0 g от 18.5% разтвор на 2-пиколин в 1,2-дихлоретан при стайна температура се прибавя на капки 38.4 g от 50 % разтвор на серен триоксид в 1,2-дихлоретан. След това при 70°C в продължение на 5 min се прибавят на капки едновременно 285,0 g от 12.5 % разтвор на изопропиламид на антраниловата киселина в 1,2-дихлоретан и 30.7 g фосфорен оксихлорид. При това температурата се повишава до 75°C. След разбъркване в продължение на 3 h под обратен хладник се прибавя 300 ml вода и фазите се разделят. Органичната фаза се екстрахира с натриева основа. Получената водна фаза се подкислява със сярна киселина и се екстрахира с 1,2-дихлоретан. Получената органична фаза се подлага на изпаряване.

Добив: 42.8 g 3-изопропил-1 Н-2,1,3-бензотиадазин-4(ЗН)-он-2,2-диоксид (чистота 94.1 %).

Пример 5 Към 312.0 g от 18.5% (разтвор на 2-пиколин в 1,2-дихлоретан при стайна температура се прибавя на капки 30.0 g хлорсулфонова киселина. След това при 70°C в продължение на 5 min се прибавя на капки едновременно 285,0 g от 12.5 % разтвор на изопропиламид на антраниловата киселина в 1,2-дихлоретан и 30.7 g фосфорен оксихлорид. При това температурата се повишава

до 75°C. След разбъркване в продължение на 3 h под обратен хладник се прибавя 300 ml вода и фазите се разделят. Органичната фаза се екстрахира с натриева основа. Получената водна фаза се подкислява със сярна киселина и се екстрахира с 1,2-дихлоретан. Получената органична фаза се подлага на изпаряване.

Добив: 42.4 g 3-изопропил-1 Н-2,1,3-бензотиадази- 4(ЗН)-он-2,2-диоксид (чистота 96.7 %).

Пример 6. Към 312.0 g от 18.5 % разтвор на 2-пикол в 1,2-дихлоретан при температура 20°C се прибавя на капки в продължение на 5 min 30.0 g хлорсулфонова киселина. След това при 70°C в продължение на 5 min се прибавят капки едновременно 285,0 g от 12.5 % разтвор на изопропиламид на антраниловата киселина в 1,2-дихлоретан и 30.7 g фосфорен оксихлорид. Тогава реакционната смес се нагрява бързо с помощта на предварително нагрятата маслена баня до температурата на кипене под обратен хладник и сместа се разбърква в продължение на 3 h при тази температура. След това се прибавя 300 ml вода и фазите се разделят. Органичната фаза се екстрахира с натриева основа.

Получената водна фаза се подкислява със сярна киселина и се екстрахира с 1,2-дихлоретан. Получената органична фаза се подлага на изпаряване.

Добив: 41.9 g 3-изопропил-1Н-2,1,3-бензотиадазин 4(ЗН)-он- 2,2-диоксид (чистота 96.8 %).

Пример 7. В 3-стъпална каскада от колби с бъркалки се въвежда 100 g 1,2-дихлоретан при 78°C. След това при 78°C в първата колба се въвеждат едновременно 593.6 g/h от 12.5% разтвор на изопропиламид на антраниловата киселина (0.417 mol/h) в 1,2-дихлоретан, 632.3 g/h от разтвор на 2-пиколин и адукт от серен триоксид в 1,2-дихлоретан (получен от 589.3 g/h 18% разтвор на 2-пиколин (1.14 mol/h) в 1,2-дихлоретан и 43.0 g/h серен триоксид (0.5375 mol/h) и 39.9 g/h фосфорен оксихлорид (0.260 mol/h). След определено време реакционната смес започва да прелива във втората колба с бъркалка, в която температурата също е 78°C, и след това преливането продължава до запълване и на третата колба с бъркалка, коя-

то също е с температура 78°C. След като каскадата е запълнена, за нови 2 h се въвеждат реагентите за взаимодействието в първата от колбите с бъркалка. След това се прекъсва въвеждането на реагенти в каскадата и колбите се подлагат на разбъркване при 78°C - първата в продължение на 1.5 h, втората в продължение 1.0 h и третата в продължение на 0.5 h. След това реакционната смес се хидролизира с вода. Стойността на рН се нагласява на 1.0 до 1.3. Съдържанието на колбите от каскадата се изтегля непрекъснато в съд за разделяне на фазите, органичната фаза се отлива непрекъснато в друга колба с бъркалка и се промива с около 150 ml вода. След разделяне на фазите органичната фаза се въвежда в 2-стъпален миксер-утаител. В първия етап сместа се екстрахира с около 150 ml вода и 67 d водна натриева основа (при това се достига до рН стойност от 7 до 8). Във втория етап органичната фаза се екстрахира с около 50 ml вода. Обединените водни фази след дестилиране на наличния 1,2-дихлоретан се концентрират до около 50% разтвор на продукта.

Добив 99.4 g натриева сол на 3-изопропил-1H-2,1, 3-бензотиадиазин-4(3H)-он-2,2 -диоксид

(Водната фаза след хидролизата се алкализира с натриева основа (рН около 10 до 11) и непрекъснато се екстрахира с 1,2-дихлоретан. Полученият разтвор на 2-пиколлин в 1,2-дихлоретан след това се подлага на азеотропно сушене във вакуум (при около 400 mbar) за отстраняване на водата, до получаване на около 18% концентрация на 2-пиколлин. Така полученият разтвор се използва отново за получаване на адукта).

Пример 8. В 3-стъпална каскада от котли с бъркалки се въвежда 100 kg 1,2-дихлоретан при 78°C. След това при 78 C в първата колба се въвежда едновременно 593.6 kg/h от 12.5% разтвор на изопропиламид на антраниловата киселина (417 mol/h) в 1,2-дихлоретан, 632.3 kg/h от разтвор на 2-пиколлин и адукт от серен триоксид в 1,2-дихлоретан (получен от 589.3 kg/h 18% разтвор на 2-пиколлин (1140 mol/h) в 1,2-дихлоретан и 43.0 kg/h серен триоксид (537,5 mol/h) и 39.9 kg/h фосфорен оксихлорид (260 mol/h). След определено време реакционната смес

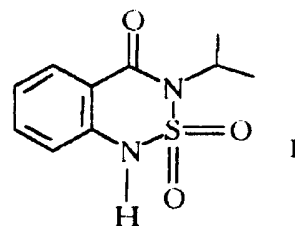
започва да прелива във втория котел с бъркалка, в който температурата също е 78°C, и след това преливането продължава до запълване и на третия котел с бъркалка, който също е с температура 78°C. Запълването на котела е с такава скорост, че да протече за 1.5 до 4 h. От третия котел сместа се прелива непрекъснато в друг котел с разбъркване, в който реакционната смес се хидролизира с вода при температура 50°C до 70°C, при което рН се нагласява на 1 до 1.4. Двухазовата смес се изтегля непрекъснато в съд за разделяне на фазите. Органичната фаза се промива непрекъснато с вода. фазите отново се разделят и органичната фаза се въвежда в 2-стъпален миксер-утаител. В първия етап сместа се екстрахира с водна натриева основа (при това се достига до рН стойност от 7 до 8). Във втория етап органичната фаза се екстрахира с малко вода. Обединените водни фази след дестилиране на наличния 1,2-дихлоретан и част от водата се концентрират до около 50% разтвор на продукта.

Добив: 99 до 100 kg/h натриева сол на изопропил-1H-2,1,3-бензотиадиазин-4(3H)-он-2,2 диоксид

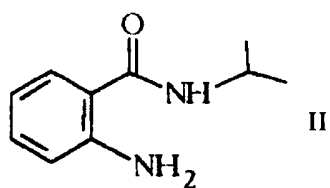
(Водната фаза след хидролизата се алкализира с натриева основа (рН около 10 до 11) и непрекъснато се екстрахира с 1,2-дихлоретан. Полученият разтвор на 2-пиколлин в 1,2-дихлоретан след това се подлага на азеотропно сушене във вакуум (при около 400 mbar) за отстраняване на водата, до получаване на около 18% концентрация на 2-пиколлин. Така полученият разтвор се използва отново за получаване на адукта).

Патентни претенции

1. Метод за получаване на 3-изопропил-1H-2,1,3-бензо-тиадиазин-4(3H)-он-2,2-диоксид с формула (I) или на сол на съединение с формула



характеризиращ се с това, че изопропиламид на антраниловата киселина с формула



взаимодейства едновременно със серен триоксид или хлорсулфонова киселина в присъствие на органична база или с адукти на серен триоксид с органични бази

и с фосфорен оксихлорид при температура от 50°C до температурата на кипене под обратен хладник и при желание след това продуктът се превръща в негова сол.

2. Метод съгласно претенция 1, характеризиращ се с това, че взаимодействието се провежда в присъствие на разтворител.

3. Метод съгласно претенции 1 до 2, характеризиращ се с това, че изопропиламидът на анраниловата киселина и вдаден случай адуктът на серен триоксид с органична база се прибавят в разтворител.

4. Метод съгласно претенции 1 до 3, характеризиращ се с това, че като разтвори-

тел се използва халогениран въглеводород.

5. Метод съгласно претенции 1 до 4, характеризиращ се с това, че като разтворител се използва 1,2-дихлоретан.

6. Метод съгласно претенции 1 до 5, характеризиращ се с това, че като органична база се използва ароматна органична база.

7. Метод съгласно претенции 1 до 6, характеризиращ се с това, че като органична база се използва пиридин или заместен пиридин.

8. Метод съгласно претенции 1 до 7, характеризиращ се с това, че като органична база се използва 2-пиколин.

9. Метод съгласно претенции 1 до 8, характеризиращ се с това, че взаимодействието се провежда при температура от 65 до 85°C.

10. Метод съгласно претенции 1 до 9, характеризиращ се с това, че методът се провежда по непрекъснат начин.

Издание на Патентното ведомство на Република България
1113 София, бул. "Д-р Г. М. Димитров" 52-Б

Експерт: С. Йорданова

Редактор: В. Алтаванова

Пор. № 42359

Тираж: 40 СР