УКРАЇНА

(19) UA (11) 147751 (13) U

(51) МПК
C07C 63/10 (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО "УКРАЇНСЬКИЙ ІНСТИТУТ ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2021 00109**

(22) Дата подання заявки: **13.01.2021**

(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: **10.06.2021**

(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: **09.06.2021, Бюл.№ 23**

(72) Винахідник(и):
Шапкін Володимир Петрович (UA),
Ісак Олександр Дем'янович (UA),
Мороз Олексій Валерійович (UA),
Бушуєв Андрій Сергійович (UA),
Котова Вікторія Вікторівна (UA)

(73) Володілець (володільці):
Шапкін Володимир Петрович,
вул. Володимирська, 2, кв. 17, м. Рубіжне, Луганська обл., 93009 (UA),
Ісак Олександр Дем'янович,
пр. Переможців, 25, кв. 6, м. Рубіжне, Луганська обл., 93012 (UA),
Мороз Олексій Валерійович,
пр. Московський, 23, кв. 2, м. Рубіжне, Луганська обл., 93012 (UA),
Бушуєв Андрій Сергійович,
вул. Дачна, 8, кв. 2, м. Рубіжне, Луганська обл., 93001 (UA),
Котова Вікторія Вікторівна,
квартал МЖК "Мрія", 3, кв. 21, м. Сєвєродонецьк, Луганська обл., 93401 (UA)

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ 3,4,5,6-ТЕТРАБРОМ-О-СУЛЬФОБЕНЗОЙНОГО АНГІДРИДУ

(57) Реферат:

Заявлений спосіб отримання 3,4,5,6-тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду бромуванням в олеумі о-сульфобензойної кислоти бромом у присутності йоду в середовищі олеуму з подальшим виділенням цільового продуктує. Бромування проводять при 120 °С з використанням 25 %-го олеуму при мольному співвідношенні о-сульфобензойної кислоти:брому:олеуму 1:(4,2-5).

UA 147751 U

Корисна модель належить до хімічної технології виробництва проміжних хімічних продуктів і стосується процесу удосконалення стадії бромування о-сульфобензойного ангідриду.

Пропонована корисна модель може бути використана у виробництві індикатора тетрабромфенолового синього.

Відомий спосіб отримання галогенпохідних за патентом США № 1760328 (Zbl: 1930, II, 802), відповідно до якого бромування о-сульфобензойної кислоти ведуть в 60 %-му олеумі при 60 °С з додаванням I_2 і подальшим нагріванням до 150-160 °С.

За найближчий аналог прийнятий спосіб отримання 3,4,5,6-тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду, описаний в часописі J. Am. Chem. Soc. 58, 1561. Процес за найближчим аналогом ведуть таким чином. У 1000 г 60 %-го олеуму розчиняють 165 г о-сульфобензойної кислоти нагріванням на масляній бані при 60-70 °С. Бромування проводять при 80-100 °С повільною придачею 100 мл брому. Щоб уникнути втрат брому швидкість придачі регулюють швидкістю поглинання. Поглинання брому йде повільно - 2-3 доби у присутності каталізатора 10 г I_2, після чого температуру масляної бані повільно підвищують до 160-170 °С, далі суміш охолоджують, при цьому тетрабром-о-сульфобензойний ангідрид кристалізується і його відокремлюють від сульфатної кислоти фільтрацією. Осад відмивають від сульфатної кислоти льодяною оцтовою кислотою, що містить 25 %-вий оцтовий ангідрид. Вихід технічного продукту складає 75 %. Після перекристалізації з льодяної оцтової кислоти, що містить 25 % оцтового ангідриду, 3,4,5,6-тетрабром-о-сульфобензойний ангідрид має форму безколірних кристалів з $T_{пл.}$ 216-217 °С.

Замість о-сульфобензойної кислоти як початковий продукт можливе використання амонієвої солі о-сульфобензойної кислоти з аналогічними результатами.

Недоліком як вищеописаного способу, так і найближчого аналога є складність процесу бромування, викликана використанням 60 %-го олеуму, реакційна маса сильно піниться, і складно управляти таким процесом. Крім цього, 60 %-вий олеум є технологічно важкодоступним продуктом і в Україні не виробляється.

Задачею корисної моделі є вдосконалення процесу бромування амонієвої солі о-сульфобензойної кислоти або о-сульфобензойної кислоти на стадії отримання 3,4,5,6-тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду з підвищеним виходом на 11-13 %.

Поставлена задача вирішується способом отримання тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду бромуванням о-сульфобензойної кислоти у присутності каталітичних кількостей йоду при температурі 60-120 °С, в якому бромування, згідно із вдосконаленою технологією, ведуть в низькопроцентному олеумі - не вище 25 % (4,2-5 моль брому, 18-22 моль SO_3) протягом 15 год. Вихід тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду складає 88,0 %, масова частка брому - 62,0-64,0 % (теоретично 63,97 %), $T_{пл.}$ 215-219 °С, що відповідає літературним даним. Використовується технологічно легко доступний 25 %-вий олеум і спінювання реакційної маси відсутнє.

Як початкову сполуку використовують амонієву сіль о-сульфобензойної кислоти, яку отримують гідролізом сахарину та натрію розбавленою хлористоводневою кислотою.

Пропонована корисна модель ілюструється такими прикладами.

Приклад 1. У 790 г (2,47 моль) 25 %-го олеуму розчиняють 30 г (0,137 моль) амонієвої солі о-сульфобензойної кислоти і 1,2 г йоду і при температурі 20 °С придають під шар реакційної маси 91,95 г (0,575 моль) брому. Суміш нагрівають до температури 60-70 °С і розмішують при цій температурі 6,5 год., далі підвищують температуру до 80 °С і розмішують ще 7 годин і визначають масову частку брому. При масовій частці брому вище 58 % суміш нагрівають до 120 °С для видалення надлишкового брому, охолоджують до кімнатної температури і фільтрують. Осад на фільтрі промивають 101,5 г сумішшю 3:1 оцтової кислоти і оцтового ангідриду, віджимають і сушать при 80 °С. Отримують 58,81 г тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду з виходом 86 % (масова частка брому - 62,2 %, $T_{пл.}$ 216 °С).

Приклад 2. З 30 г (0,137 моль) амонієвої солі о-сульфобензойної кислоти і 110,88 г (0,693 моль) брому в 960 г (3,0 моль) 25 %-го олеуму аналогічно прикладу 1 отримують 60,62 г тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду з виходом 88 % (масова частка брому - 64 %, $T_{пл.}$ 219 С).

Приклад 3. З 30 г (0,148 моль) о-сульфобензойної кислоти і 99,33 г (0,622 моль) брому в 852,5 г (2,66 моль) 25 %-го олеуму аналогічно прикладу 1 отримують 64,08 г тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду з виходом 86,4 % (масова частка брому-62,3 %,$T_{пл.}$217 °С).

Приклад 4. З 30 г (0,148 моль) о-сульфобензойної кислоти і 118,25 г (0,74 моль) брому в 1041,9 г (3,26 моль) 25 %-го олеуму аналогічно прикладу 1 отримують 65,11 г тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду з виходом 87,8 % (масова частка брому - 63,9 %, $T_{пл.}$ 219 °С).

Корисна модель в порівнянні з найближчим аналогом дозволяє вдосконалити процес бромування амонієвої солі о-сульфобензойної кислоти або о-сульфобензойної кислоти на стадії

отримання 3,4,5,6-тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду з підвищеним виходом на 11-13 %, знизити температуру бромування з 160-170 до 125 °С, зменшити термін бромування з 2-3 діб до 15 годин і концентрацію олеуму з 60 до 25 %.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб отримання 3,4,5,6-тетрабром-о-сульфобензойного ангідриду бромуванням в олеумі о-сульфобензойної кислоти бромом у присутності йоду в середовищі олеуму з подальшим виділенням цільового продукту, який **відрізняється** тим, що бромування проводять при 120 °С з використанням 25 %-го олеуму при мольному співвідношенні о-сульфобензойної кислоти:брому:олеуму 1:(4,2-5).

Комп'ютерна верстка О. Гергіль

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601