



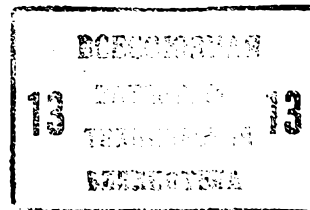
СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1133267 A

4(51) С 07 С 143/70

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

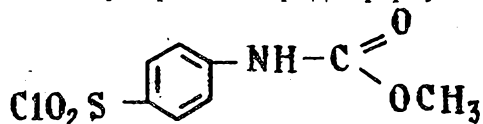


- (21) 3620672/23-04  
(22) 13.07.83  
(46) 07.01.85. Бюл. № 1  
(72) Г.М.Стронгин, М.Н.Куликова,  
Н.М.Милова, Ф.А.Пашуба  
и Х.А.Финкельштейн  
(71) Чернореченское дважды ордена  
Трудового Красного Знамени производ-  
ственное объединение "Корунд"  
им. М.И.Калинина  
(53) 547.541.51.05(088.8)  
(56) 1. Засосов В.А. О влиянии карбо-  
метоксисульфаниловой кислоты на син-  
тез некоторых сульфаниламидных пре-  
паратов. - ХФЖ, 1976, № 10, № 3,  
с. 100 (прототип).

(54) (57) СПОСОБ ОЧИСТКИ N-КАРБОМЕТОК-  
СИСУЛЬФАНИЛХЛОРИДА путем перекрис-  
таллизации, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса,  
для перекристаллизации нестандартный  
N-карбометоксисульфанилхлорид раство-  
ряют в 85-98%-ной серной кислоте с  
последующим разбавлением полученного  
раствора до концентрации серной кис-  
лоты 10-65% и процесс проводят при  
20-35°C в течение 5-15 мин.

(19) SU (11) 1133267 A

Изобретение относится к усовершенствованному способу очистки N-карбометоксисульфанилхлорида формулы



который находит применение в качестве промежуточного продукта в синтезе лекарственных препаратов.

Известен способ очистки N-карбометоксисульфанилхлорида (сульфохлорид), заключающийся в перекристаллизации сульфохлорида из дихлорэтана [1].

Однако известный способ требует регенерации пожаро- и взрывоопасного органического растворителя, что усложняет процесс и, кроме того, в настоящее время отсутствует разработанный способ утилизации примесей и сульфохлорида, которые будут оставаться в органическом растворителе.

Целью изобретения является упрощение процесса.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу очистки N-карбометоксисульфанилхлорида путем перекристаллизации для перекристаллизации нестандартный N-карбоксиметоксисульфанилхлорид (содержание менее 92% основного вещества) растворяют в 85-98%-ной серной кислоте с последующим разбавлением полученного раствора до концентрации серной кислоты 10-65% и процесс проводят при 20-35°C в течение 5-15 мин.

Сущность способа заключается в том, что наблюдается резкое изменение растворимости сульфохлорида в зависимости от концентрации серной кислоты при 30°C, приведенное в табл. 1.

Для перекристаллизации может быть использована, например, применяемая в производстве техническая серная кислота, имеющая массовую долю моногидрата не менее 92,5%, или другая серная кислота, содержащая более 85% основного вещества. Нестандартный сульфохлорид растворяется в 85-98%-ной серной кислоте при 20-35°C в течение 5-15 мин во избежание гидролиза. При низком содержании основного вещества в нестандартном сульфохлориде для снижения расхода соляной кислоты на разбавление полученного раствора может быть применена пред-

варительная отмывка части примесей водой.

Полученный раствор сульфохлорида разбавляется водой, промывной водой из производства или разбавленной серной кислотой до получения раствора серной кислоты с м.д.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  10-65%.

После разбавления сульфохлорид выпадает в осадок за счет резкого снижения его растворимости.

Расход воды или серной кислоты на разбавление определяют по величине растворимости основной примеси сульфохлорида N-карбометоксисульфаниловой кислоты (КМСК).

Растворимость КМСК при 25°C приведена в табл. 2.

При разбавлении, исходя из растворимости КМСК, гарантировано исключение выпадения КМСК с продуктом, поскольку установлена способность КМСК к образованию стойких в течение 2-24 ч перенасыщенных растворов. Разбавление для максимального снижения гидролиза сульфохлорида проводят в течение 5-15 мин при 20-35°C. Выпавший при разбавлении сульфохлорид отделяется, промывается и сушится известными методами.

Выход сульфохлорида в расчете на загруженный с нестандартным продуктом 96-98%.

Полученный продукт по основному веществу и кислотности соответствует 1 сорту по действующим ТУ, т.е. массовая доля основного вещества выше 94%, а массовая доля кислоты в пересчете на серную ниже 0,5%.

Полученная после отделения и промывки сульфохлорида разбавленная серная кислота возвращается в производство и используется на стадии выделения сульфохлорида из сульфомассы или из раствора в серной кислоте, что исключает дополнительный расход серной кислоты на перекристаллизацию сульфохлорида.

**Пример 1.** 20 г нестандартного сульфохлорида, содержащего 85,6% основного вещества, растворяют в 100 г 94%-ной серной кислоты при 35°C. Время растворения 5 мин.

Полученный раствор в течение 15 мин смешивают с 840 г охлажденной воды. Разбавление ведут при 35°C. Получают суспензию сульфохлорида в 10%-ной серной кислоте. Осадок отфильтровывают, промывают в фильтре

2 мас.ч. воды к массе сухого нестандартного сульфохлорида и срезают осадок в сосуд, содержащий 3,5 мас.ч. охлажденной воды к массе сухого сульфохлорида. Суспензию перемешивают в течение 5 мин, осадок отфильтровывают, промывают 2 мас.ч. 2%-ного раствора хлористого натрия и высушивают.

Получают 17,3 сульфохлорида, содержащего 95,9% основного вещества и 0,1% кислоты в пересчете на серную. Выход сульфохлорида к загруженному 96,5%.

Полученную смесь маточника и первых промывных вод в количестве 955 г с содержанием серной кислоты 9,6% возвращают на разбавление раствора сульфохлорида в серной кислоте или в производство на разложение сульфомассы вместе с разбавленной технической серной кислотой. Отходную слабую кислоту со стадии промывки репульпацией используют для разбавления технической серной кислоты, применяемой для разложения сульфомассы или разбавления раствора сульфохлорида в серной кислоте. Отходный солевой раствор используют, например, для приготовления раствора соды, который служит для нейтрализации кислот в вентиляционных выбросах.

**Пример 2.** 22 г нестандартного сульфохлорида, содержащего 86% основного вещества, растворяют при 20°C в 100 г 98%-ной серной кислоты в течение 10 мин.

Полученный раствор смешивают со 172 г 46%-ной охлажденной серной кислоты при 20°C в течение 5 мин. Получают суспензию сульфохлорида в 65%-ной серной кислоте. Сульфохлорид из суспензии отфильтровывают и осадок обрабатывают по примеру 1.

После высушивания получают 19,06 г 96%-ного сульфохлорида с выходом 96,7% к загруженному. Кислотность сульфохлорида в расчете на серную кислоту 0,3%.

Маточник, первые промывные воды, промывные воды после репульпации смешивают и получают 385 г серной кислоты, содержащей 46% основного вещества и 0,5% КМСК. Отходящую серную кислоту и раствор хлористого натрия используют по примеру 1.

**Пример 3.** 18 г 85%-ного нестандартного сульфохлорида растворяют в 100 г 85%-ной серной кис-

лоты при 30°C в течение 15 мин. Полученный раствор смешивают с 385 г охлажденной серной кислоты, содержащей 46%  $H_2SO_4$  и 0,5% КМСК из примера 2. Разбавление проводят при 30°C в течение 10 мин. Сульфохлорид из полученной суспензии отфильтровывают и осадок промывают по примеру 1.

После высушивания получают 15,2 г сульфохлорида, содержащего 98% основного вещества и 0,2% кислоты в расчете на серную. Выход сульфохлорида в конечный продукт 97,5%.

Отходную серную кислоту и промывные воды смешивают и используют вместе с разбавленной серной кислотой для разложения сульфомассы или разбавления раствора сульфохлорида в серной кислоте. Отходный раствор хлористого натрия используют по примеру 1.

**Пример 4.** 20 г нестандартного сульфохлорида, содержащего 85,6% основного вещества, растворяют в 100 г 94%-ной серной кислоты при 60°C. Время растворения 5 мин. Полученный раствор обрабатывают по примеру 1.

Получают 15,0 г сульфохлорида, содержащего 95,2% основного вещества и 0,1% кислоты в пересчете на серную. Выход сульфохлорида к загруженному 83,4%. Продукты гидролиза 2,8 г сульфохлорида переходят в маточник, загрязняя примесями возвратную серную кислоту.

**Пример 5.** 20 г нестандартного сульфохлорида, содержащего 85,6% основного вещества, растворяют в 100 г 94%-ной серной кислоты при 35°C. Время растворения 5 мин. Полученный раствор в течение 15 мин смешивают с 18 г охлажденной воды при 35°C. Получают суспензию сульфохлорида в 79,7%-ной серной кислоте. Осадок отфильтровывают и обрабатывают далее по примеру 1.

Получают 16,2 г сульфохлорида, содержащего 95% основного вещества и 0,2% кислоты в пересчете на серную. Выход сульфохлорида к загруженному 90%, что обусловлено потерями сульфохлорида с маточником за счет увеличения растворимости.

**Пример 6.** 20 г нестандартного сульфохлорида, содержащего 85,6% основного вещества, растворяют в 100 г 94%-ной серной кислоты при 35°C. Время растворения 5 мин. Полу-

ченный раствор в течение 15 мин смешивают с 840 г воды при 65°С. Полученную суспензию сульфохлорида в 10%-ной серной кислоте обрабатывают далее по примеру 1.

Получают 14,2 г сульфохлорида, содержащего 95,9% основного вещества и 0,1% кислоты в пересчете на серную. Выход сульфохлорида к загруженному 79,6%. Снижение выхода обусловлено усилением гидролиза сульфохлорида в соприкосновении с водной средой при 65°С. Возвратная серная кислота загрязняется продуктами гидролиза сульфохлорида.

**Пример 7.** 20 г нестандартного сульфохлорида, содержащего 85,6% основного вещества, растворяют в 100 г 94%-ной серной кислоты по примеру 1. Полученный раствор в течение 15 мин смешивают с 840 г воды при 1°С. В полученной суспензии сульфохлорид кристаллизуется в виде очень мелких частиц, что затрудняет отделение и промывку осадка и обуславливает увеличение потерь продукта при сушке в струе горячего воздуха.

**Пример 8.** 20 г нестандартного сульфохлорида, содержащего 85,6% основного вещества, растворяют в

100 г 94%-ной серной кислоты по примеру 1. Полученный раствор в течение 0,5 ч смешивают с 840 г воды при 35°С. Полученную суспензию сульфохлорида обрабатывают далее по примеру 1.

Получают 17,0 г сульфохлорида, содержащего 95,9% основного вещества и 0,1% кислоты в пересчете на серную. Выход сульфохлорида к загруженному 95,2%. Снижение выхода обуславливается потерей сульфохлорида за счет гидролиза при увеличении времени контакта с водной средой.

Примеры 4-8 характеризуют влияние нарушения предлагаемых пределов параметров проведения процесса на качество и выход продукта.

Растворение продукта для очистки при температуре ниже 20°С не рекомендуется, поскольку необходимы затраты энергии на охлаждение серной кислоты.

Ограничение концентрации серной кислоты (10%) обуславливается нежелательностью получения при дальнейшем разбавлении большого количества не утилизируемых кислых стоков.

Сокращение времени процесса менее 5 мин нежелательно, поскольку может обусловить неполноту протекания процесса.

Т а б л и ц а 1

Концентрация серной кислоты, %	65	70	75	80	85	90
Растворимость сульфохлорида, %	0,04	0,08	0,31	1,0	20,8	32,2

Т а б л и ц а 2

Концентрация серной кислоты, %	47,4	54,0	59,7	65,4	74,9	81,0
Растворимость КМСК, %	1,47	1,05	0,6	0,6	1,4	8,2

Редактор Н. Джуган

Составитель Т. Власова

Техред Т. Маточка Корректор С. Шекмар

Заказ 9916/24

Тираж 384

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4.