(19) C2 (11) 55480 (13) UA

(98) а/с 3, м. Київ, 03037
(85) 2000-03-20
(74) Петров Андрій Володимирович, (UA)
(45) [2003-04-15]
(43) [2000-09-15]
(24) 2003-04-15
(22) 1998-07-25
(12) null
(21) 2000031557
(46) 2003-04-15

(86) 1998-07-25 PCT/EP98/04664
(30) 197 35 682.6 1997-08-19 DE
(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ 3-ІЗОПРОПІЛ-1Н-2,1,3-БЕНЗОТІАДІАЗИН-4(3Н)-ОН-2,2-ДІОКСИДУ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 3-ИЗОПРОПИЛ-1Н-2,1,3-БЕНЗОТИАДИАЗИН-4(3Н)-ОН-2,2-ДИОКСИД a method for the production of 3-isopropyl -1H-2,1,3-benzothiazine-4(3H)-one-2,2-dioxide
(56) SU 715021, 23.09.1991 1
(71)
(72) DE Меркле Ханс Руперт DE Меркле Ханс Руперт DE Меркле Ханс Руперт DE Вьорц Отто DE Вьорц Отто DE Вьорц Отто DE Фретшнер Еріх DE Фретшнер Еріх DE Фретшнер Еріх DE Ханзен Ханспетер DE Ханзен Ханспетер DE Ханзен Ханс петер DE Мюллер Альбрехт DE Мюллер Альбрехт DE Мюллер Альбрехт DE Бенц Курт DE Бенц Курт DE Бенц Курт
(73) DE БАСФ АКЦІЄНГЕЗЕЛЛЬШАФТ DE БАСФ АКЦИЕНГЕЗЕЛЛЬШАФТ DE BASF AKTIENGESELLSCHAFT

Способ получения 3-изопропил-1H-2,1,3-бензотиадиазин-4(3H)-вон-2,2-диоксида формулы I или его соли

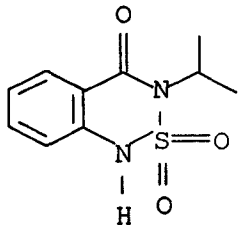
I

из изопропиламида антраниловой кислоты формулы II

II,

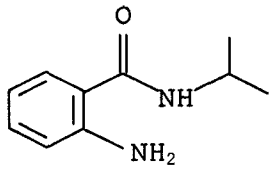
которые подвергают одновременно взаимодействию с триоксидом серы или с хлорсульфокислотой в присутствии органической основы или с аддуктами триоксида серы и органической основы и с хлороксидом фосфора при температуре от 50°C до температуре флегмы, а затем, при необходимости, переводят его в соль.

Спосіб одержання 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадіазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду формули I або його солі



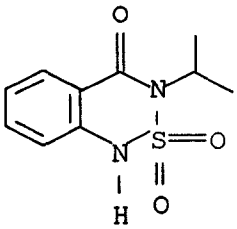
I

з ізопропіламіду антранілової кислоти формули II

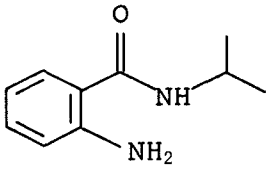


II,

який піддають одночасно взаємодії з триоксидом сірки чи з хлорсульфокислотою в присутності органічної основи або з аддуктами триоксиду сірки й органічної основи і з хлороксидом фосфору при температурі від 50°С до температури флегми і потім, при необхідності, переводять його у сіль.



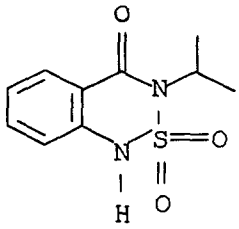
(I),



(II).

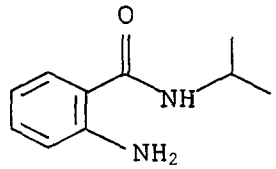
The invention relates to a method for the production of 3-isopropyl-1H-2,1,3-benzothiazine-4(3H)-one-2,2-dioxide (I) or its salt. The method is characterized in that anthranilic acid isopropylamide (II) is reacted simultaneously with sulphur trioxide or chlorosulphonic acid in the presence of an organic base or with sulphur trioxide adducts on organic bases, and phosphoroxychloride at 50°C until reflux temperature, and then optionally transformed into their salts.

1. Спосіб одержання 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадіазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду формули I або його солі



I,

який **відрізняється** тим, що ізопропіламід антранілової кислоти формули II



II

піддають одночасно взаємодії з триоксидом сірки чи з хлорсульфокислотою у присутності органічної основи або з аддуктами триоксиду сірки й органічної основи і з хлороксидом фосфору при температурі від 50°С до температури флегми і потім, при необхідності, переводять його у сіль.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що реакцію взаємодії проводять у присутності розчинника.

3. Спосіб за будь-яким з пп. 1 - 2, який **відрізняється** тим, що ізопропіламід антранілової кислоти і, необов'язково, аддукт триоксиду сірки й органічної основи подають у розчиннику.

4. Спосіб за будь-яким з пп. 1 - 3, який **відрізняється** тим, що як розчинник застосовують галогенований вуглеводень.

5. Спосіб за будь-яким з пп. 1 - 4, який **відрізняється** тим, що як розчинник застосовують 1,2-дихлоретан.

6. Спосіб за будь-яким з пп. 1 - 5, який **відрізняється** тим, що як органічну основу застосовують ароматичну органічну основу.

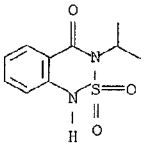
7. Спосіб за будь-яким з пп. 1 - 6, який **відрізняється** тим, що як органічну основу застосовують піридин або заміщений піридин.

8. Спосіб за будь-яким з пп. 1 - 7, який **відрізняється** тим, що як органічну основу застосовують 2-піколін.

9. Спосіб за будь-яким з пп. 1 - 8, який **відрізняється** тим, що реакцію взаємодії проводять при температурі від 65°С до 85°С.

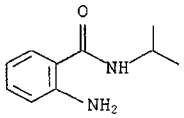
10. Спосіб за будь-яким з пп. 1 - 9, який **відрізняється** тим, що процес проводять безперервно.

Винахід стосується нового способу одержання 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадіазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду формули (I) або його солі



(I)

за яким ізопропіламід антранілової кислоти II



(II)

піддають одночасно взаємодії з триоксидом сірки або з хлорсульфокислотою у присутності органічної основи або з аддуктами триоксиду сірки и органічної основи, і з хлороксидом фосфору при температурі від 50°С і до температури кипіння зі зворотним холодильником і потім, в разі потреби, переводять його у солі.

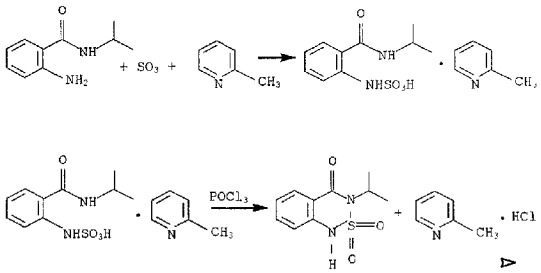
Відомо, що похідні 2,1,3-бензотіадіазин-4-он-2,2-діоксиду одержують таким чином, що похідні аміду антранілової кислоти піддають взаємодії з похідними триоксиду сірки у присутності органічної основи при температурі від 0°С і до температури кипіння зі зворотним холодильником з одержанням відповідних солей сульфамної кислоти, після чого проводять циклізацію цих солей (DE-A 2710382).

Однак у зв'язку з тим, що за цим способом необхідно мати справу із солями, відповідно, суспензіями, одержання сполуки I або її солі у великих виробничих масштабах є дуже складним. Чистота одержуваних у такий спосіб сполук I або їхніх солей незадовільна. Крім того, відомо, що солі сульфамової кислоти при високих температурах нестабільні.

Тому завдання винаходу - розробити простий, недорогий і застосовний на великих виробництвах спосіб одержання сполуки I та її солі, який забезпечив би задовільну чистоту продукту.

Відповідно до цього було розроблено спосіб одержання 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадіазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду (I), за яким вихідні речовини одночасно піддають реакції взаємодії у присутності основи при температурі від 50°С і до температури кипіння зі зворотним холодильником.

Взаємодію 2-піколіну, у разі застосування як основи, можна подати нижченаведеним рівнянням реакції



Спосіб за винаходом відрізняється тим, що на одній стадії утворюється сіль сульфамової кислоти при 50°С і до температури кипіння зі зворотним холодильником in situ та відразу циклізується вже наявним хлорокисом фосфору у сполуці I.

Реакція взаємодії може проводитися в розчині або в речовині. Як розчинник застосовують інертні органічні розчинники, наприклад, аліфатичні вуглеводні, такі, як пентан, гексан, гептан або октан, галогеновані аліфатичні вуглеводні, такі, як метиленхлорид, хлороформ, тетрахлорвуглець, 1,2-дихлоретан або дихлорпропан, галогеновані ароматичні вуглеводні, такі, як хлорбензол чи дихлорбензоли, жири. Такі, як диметиловий ефір або метил-трет-бутиловий ефір, аміди, такі, як диметилформамід або суміші з них.

Перевагу віддають взаємодії в розчині, зокрема, у галогенованому органічному розчиннику, тобто галогенованому аліфатичному або ароматичному розчиннику. Переважно застосовують галогенований аліфатичний розчинник, зокрема, 1,2-дихлоретан.

У способі за винаходом можуть застосовуватися, наприклад, такі органічні основи: триалкіламіни, такі, як триметиламін, триетиламін, диметилетиламін, диметилпропіламіни, диметилбутиламіни, диметилциклогексиламін або трибутиламін; N-метилморфолін, N-етилморфолін або N-метилпіперидин; N,N-діалкіланіліни, такі, як

диметиланілін, діетиланілін, метилетиланілін, N.N-діалкіламіни, такі, як диметилформамід або диметилацетамід; тетраалкілсечовини, наприклад, тетраметилсечовина або тетраетилсечовина; або ароматичні органічні основи, такі, як піридин, заміщений піридин, наприклад 2-піколін, 3-піколін або 4-піколін, хінолін, літидин, хіналін або їхні суміші.

Переважно застосовуються ароматичні органічні основи. Зокрема, піридин або заміщені піридини. Особливо бажаний 2-піколін.

Реакцію взаємодії доцільно проводити так, що від 2,0 до 1,0 моля, бажано, від 1,4 до 1,1 моля триоксиду сірки і від 4,0 до 1,6 молів однієї з вищенаведених основ перетворюють в інертному, в умовах реакції, розчиннику, як наведено вище, на аддукт триоксиду сірки. Однак можна також розчиняти окремо одержаний аддукт триоксиду сірки в інертному, в умовах реакції, розчиннику, необов'язково при подачі відповідної основи і цей розчин застосовувати для дальшої реакції. До розчину аддукту триоксиду сірки дають одночасно при температурі від 50°C і до температури кипіння зі зворотним холодильником, бажано, від 65°C до 85°C, 1 моль ізопропіламіду антранілової кислоти II у розчині або в речовині і від 2,0 до 0,3 молів, зокрема, від 1,2 до 0,5 молів, хлороксиду фосфору. Цю суміш перемішують при температурі від 50°C до температури кипіння зі зворотним холодильником, бажано від 65°C до 85°C, від 30 хвилин до 6 годин, зокрема, від 30 хвилин до 4 годин. Після цього реакційну суміш гідролізують при вищезгаданій температурі або після охолодження водою і розділяють. При цьому відокремлюють органічну фазу, промивають її водою і екстрагують водною основою, наприклад, неорганічною основою, такою, як гідроксид натрію, гідроксид калію, гідроксид магнію, гідроксид амонію, карбонат натрію, карбонат калію, карбонат магнію, гідрокарбонат натрію, гідрокарбонат калію і т. п. і водою або, наприклад, органічною основою, такою, як диметиламід, триметиламід або діетаноламід. Цей, одержаний екстракцією, водний сольовий розчин формули I може ще містити розчинник, який може вилучатися відгоном. Результативний сольовий розчин I може піддаватися дальшому переробленню в препаративні форми.

Також можливо з одержаного екстракцією водного сольового розчину I повністю вилучати залишки розчинника, воду й одержану в такий спосіб сіль формули I і переробляти в препаративні форми застосування.

Далі можна підкислювати одержаний екстракцією водний сольовий розчин формули I, наприклад, соляною кислотою, сірчаною кислотою або фосфорною кислотою. Утворений осад сполуки формули I потім відсмоктують, у разі потреби, промивають і сушать. Одержана таким чином сполука I може перероблятися в препаративні форми застосування.

Бажано 2,0 до 1,0 моля, зокрема, 1,4 до 1,1 моля триоксиду сірки і 4,0 до 1,6 молів 2-піколіну в 1,2-дихлоретані перетворити на аддукт триоксиду сірки. До цього розчину подають при температурі від 50°C до температури кипіння зі зворотним холодильником, зокрема, від 65°C до 85°C 1 моль ізопропіламіду антранілової кислоти формули II у 1,2-дихлоретані і від 2,0 до 0,3 молів, зокрема, від 1,2 до 0,5 молів хлороксиду фосфору. Цю суміш перемішують переважно при температурі від 65°C до 85°C від 30 хвилин до 6 годин, зокрема, від 30 хвилин до 4 годин. Насамкінець суміш переробляють, як наведено вище, в продукт.

Реакція може проводитися також таким чином, що від 2,0 до 1,0 моля, бажано, від 1,4 до 1,2 молів триоксиду сірки, від 4,0 до 1,6 молів однієї з вищенаведених основ, 1 моль ізопропіламіду антранілової кислоти формули II і від 2,0 до 0,3 молів, зокрема, від 1,2 до 0,5 молів хлороксиду фосфору одночасно піддають реакції взаємодії в інертному, в умовах реакції, вищенаведеному розчиннику, при температурі від 50°C і до температури кипіння зі зворотним холодильником, бажано, від 65°C до 85°C. Цю суміш перемішують при температурі від 50°C і до температури кипіння зі зворотним холодильником, переважно, при 65°C до 85°C, від 30 хвилин до 6 годин, зокрема, від 30 хвилин до 4 годин. Насамкінець суміш переробляють у продукт, як наведено вище.

Бажано від 2,0 до 1,0 моля, зокрема, від 1,4 до 1,1 моля триоксиду сірки, від 4,0 до 1,6 молів 2-піколіну в 1,2-дихлоретані, 1 моль ізопропіламіду антранілової кислоти формули II у 1,2-дихлоретані і від 2,0 до 0,3 молів, зокрема від 1,2 до 0,5 молів хлороксиду фосфору одночасно піддати реакції взаємодії при температурі від 50°C і до температури кипіння зі зворотним холодильником, зокрема, від 65°C до 85°C. Цю суміш перемішують при температурі від 50°C і до температури кипіння зі зворотним холодильником, переважно від 65°C до 85°C, від 30 хвилин до 6 годин, зокрема, від 30 хвилин до 4 годин. Насамкінець суміш

переробляють у продукт, як наведено вище.

При реакції взаємодії, як правило, співвідношення основи, зокрема, 2-піколіну, і триоксиду сірки становить близько 2 : 1.

Можна також і замість триоксиду сірки застосовувати хлорсульфокислоту. У цьому випадку співвідношення основи, зокрема, 2-піколіну, до хлорсульфокислоти становить близько 3 : 1.

Таким чином, бажане співвідношення між утвореним аддуктом триоксиду сірки й органічною фазою, зокрема, 2-піколіном, становить приблизно 1 : 1.

Як правило, розчин основи в органічному розчиннику, наприклад, 2-піколіну в 1,2-дихлоретані є 30-ти до 10-процентним, бажано 25-ти до 15-процентним.

Крім того, розчин ізопропіламіду антранілової кислоти II в органічному розчиннику, наприклад, у 1,2-дихлоретані, як правило, є 25-ти до 5-процентним, бажано, 20-ти до 8-процентним.

Застосовувана основа, наприклад, 2-піколін, і застосовуваний розчинник, наприклад, 1,2-дихлоретан, можуть виводитися і знову вводитися в процес.

Як правило, застосовуються сухі реагенти, розчинники і т. ін.

Спосіб можна здійснювати переривчасте або безперервно, наприклад, у каскаді котлів з мішалкою. Переважно спосіб проводять безперервно.

Для цього при температурі від 50°C і до температури кипіння зі зворотним холодильником, бажано, від 65°C до 85°C, 1моль/год ізопропіламіду антранілової кислоти в інертному розчиннику, аддукт триокису сірки, одержаний як описано вище з 2,0 до 1,0моль/год, бажано, від 1,4 до 1,1моль/год триоксиду сірки і 4,0 до 1,6молів/год основи в інертному розчиннику, і від 2,0 до 0,3молів/год, переважно 1,2 до 0,5молів/год хлороксиду фосфору одночасно піддають реакції взаємодії в багатокаскадному, бажано, у 2- до 6-каскадному, зокрема в 3-каскадному казані з мішалкою, із середнім часом витримування від 6,0 до 0,5 годин зокрема, від 4,0 до 0,5 годин. Відхідний потік продукту безперервно гідролізують водою при значенні pH від 0 до 1,5. Після поділу фаз органічну фазу екстрагують основою, наприклад, натрієвим лугом, їдким калі, водним аміачним розчином, діетаноламіном при значенні pH 6 до 9. Ця водна фаза безперервно звільняється від залишків органічного розчинника, наприклад, відгоном. Результівний розчин солі I може перероблятися далі в препаративну форму застосування.

Розчин аддукту триоксиду сірки в інертному розчиннику можна одержати у змішувальному циклі, який працює безперервно, при 30°C до 60°C, бажано, при 35°C до 50 C. При цьому безперервно подаються розчинена в інертному розчиннику основа, як описано вище, і триокис сірки, розчинений, в разі потреби, в інертному розчиннику. За допомогою насоса реакційну суміш інтенсивно перемішують. Утворений розчин аддукту триокису сірки є гомогенно рідким і безперервно відводиться.

Для рекуперації застосовуваної основи, водну фазу, що виникає під час гідролізу, доводять до значення pH від 10 до 11, екстрагують розчинником, як наведено вище. Цю суміш основи з розчинником сушать і, в разі потреби, додаючи основу або розчинник, обробляють таким чином, що вона може знову застосовуватися за способом. Для рекуперації розчинника проводять, у разі потреби, сушіння і відгін залишкової органічної фази.

Бажано 1моль/год ізопропіламіду антранілової кислоти в 1,2-дихлоретану, продукт приєднання 2-піколіну до триокису сірки, одержаний із 2,0 до 1,0моля/год, зокрема 1,4 до 1,1моля/год триокису сірки і 4,0 до 0,6молів/год 2-піколіну в 1,2-дихлорметані, і 2,0 до 0,3молів/год, зокрема 1,2 до 0,5молів/год хлороксиду фосфору одночасно піддати взаємодії один з одним при температурі від 50°C і до температури кипіння з оберненим холодильником, бажано, від 65°C до 85°C, зокрема, від 70°C до 85°C. Відтак суміш переробляють у препаративну форму для застосування.

Замість триокису сірки може застосовуватися, як і в перериваному способі, хлорсульфокислота.

Одержуваний за допомогою способу за винаходом 3-ізопропіл-1H-2,1,3-бензотіадіазин-4(3H)-он-2,2-діоксид і його солі є відомими засобами захисту рослин.

Приклади одержання

Приклад 1

До 242,0г 18,5%-го розчину 2-піколіну в 1,2-дихлоретані подають краплями при 70°C протягом 5 хвилин одночасно 19,2г триокису сірки,

285,0г 12,5%-го розчину ізопропіламіду антранілової кислоти в 1,2-дихлоретану і 30,7г хлорокису фосфору. При цьому температура піднімається до 80°С. Через 3 години перемішування при температурі кипіння з оберненим холодильником додають 300мл води і відокремлюють органічні фази. Цю фазу екстрагують натровим лугом. Після підкислювання цієї водної фази сірчаною кислотою її екстрагують 1,2-дихлоретаном. Одержану органічну фазу концентрують.

Вихід: 44,7г 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадтазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду (чистота: 92,2%)

Приклад 2

До 242,0г 18,5%-го розчину 2-піколіну в 1,2-дихлоретані подають краплями при 70°С протягом 5 хвилин одночасно 30,0г хлорсульфокислоти, 285,0г 12,5%-го розчину ізопропіламіду антранілової кислоти в 1,2-дихлоретану і 30,7г хлороксиду фосфору. Через 3 години перемішування при температурі кипіння з оберненим холодильником додають 300мл води і відокремлюють органічні фази. Цю фазу екстрагують натровим лугом. Після підкислювання цієї водної фази сірчаною кислотою її екстрагують 1,2-дихлоретаном. Одержану органічну фазу концентрують.

Вихід: 43,3г 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадтазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду (чистота: 94,8%)

Приклад 3

До 121,0г 18,5%-го розчину 2-піколіну в 1,2-дихлоретані подають краплями при кімнатній температурі 19,2г 50%-го розчину триоксиду сірки в 1,2-дихлоретані. Цю реакційну суміш об'єднують при 70 до 80°С одночасно з 140,0г 12,5%-го розчину ізопроиламіду антранілової кислоти в 1,2-дихлоретану і 15,3г хлороксиду фосфору. Через 3 години перемішування реакційну суміш прохолоджують до кімнатні температури і домішують 150мл води. Відокремлюють органічну фазу і екстрагують її натровим лугом. Одержану водну фазу підкислюють сірчаною кислотою і потім її екстрагують 1,2-дихлоретаном. Одержану фазу концентрують.

Вихід: 22,8г 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадтазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду (чистота: 89,4%)

Приклад 4

До 242,0г 18,5%-го розчину 2-піколіну в 1,2-дихлоретані подають краплями при кімнатній температурі 38,4г 50%-го розчину триокису сірки в 1,2-дихлоретані. Після цього при 70°С протягом 5 хвилин подають краплями одночасно 285,0г 12,5%-го розчину ізопропіламіну антранілової кислоти в 1,2-дихлоретані і 30,7г хлороксиду фосфору. При цьому температура підвищується до 75°С. Після перемішування протягом 3 годин при температурі кипіння з оберненим холодильником додають 300мл води і розділяють фази. Органічну фазу екстрагують натровим лугом. Одержану водну фазу підкислюють сірчаною кислотою і екстрагують 1,2-дихлоретаном, потім концентрують.

Вихід: 42,8г 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадтазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду (чистота: 94,1%)

Приклад 5

До 312,0г 18,5%-го розчину 2-піколіну в 1,2-дихлоретані подають краплями при кімнатній температурі 30,0г хлорсульфокислоти. Після цього при 70°С протягом 5 хвилин подають краплями одночасно 285,0г 12,5%-го розчину ізопропіламіну антранілової кислоти в 1,2-дихлоретані і 30,7г хлороксиду фосфору. При цьому температура підвищується до 75°С. Після перемішування протягом 3 годин при температурі кипіння з оберненим холодильником додають 300мл води і розділяють фази. Органічну фазу екстрагують натровим лугом. Одержану водну фазу підкислюють сірчаною кислотою і екстрагують 1,2-дихлоретаном, потім концентрують.

Вихід: 42,4г 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадтазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду (чистота: 96,7%)

Приклад 6

До 312,0г 18,5%-го розчину 2-піколіну в 1,2-дихлоретані подають краплями при 20°С 30,0г хлорсульфокислоти протягом 15 хвилин. Після цього при 70°С протягом 5 хвилин подають краплями одночасно 285,0г 12,5%-го розчину ізопропіламіну антранілової кислоти в 1,2-дихлоретані і 30,7г хлороксиду фосфору. У попередньо підігрітій масляній ванні реакційну суміш швидко нагрівають до температури кипіння з оберненим холодильником і перемішують протягом 3 годин при цій температурі. Після цього додають 300мл води і розділяють фази. Органічну фазу екстрагують натровим лугом, одержану водну фазу підкислюють сірчаною кислотою і екстрагують 1,2-дихлоретаном, потім концентрують.

Вихід; 41,9г 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадтазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду (чистота: 96,8%)

Приклад 7

У триступінчастий каскад колб із мішалкою подають 100г 1,2-дихлоретену при 78°С. Після цього одночасно при 78°С 593,6г/год 12,5%-го розчину ізопропіламіду антранілової кислоти (0,417молів/год) у 1,2-дихлоретані, 632,3г/год розчину аддукту 2-піколіну з триокисом сірки в 1,2-дихлоретані (одержаного з 589,3г/год 18%-го розчину 2-піколіну (1,14моль/год) у 1,2-дихлоретані і 43,0г/год триокису сірки (0,5375молів/год)) і 39,9г/год хлороксиду фосфору (0,260молів/год) подають у першу колбу, вміст якої через певний час переливається в другу колбу, де також 78°С, вона наповнює третю колбу, в якій також підтримують температуру 78°С. Після того, як весь каскад було заповнено, реагенти подають для взаємодії в першу колбу. Потім припиняють подачу реагентів, вміст першої колби перемішують 1,5 години, вміст другої колби - 1,0 годину і вміст третьої колби - 0,5 години при 78°С . Після цього реакційну суміш гідролізують водою. Значення pH установлюється на величину від 1,0 до 1,3. Вміст каскаду колб спорожняють і безперервно подають у роздільник фаз, органічну фазу безперервно подають у ще одну колбу з мішалкою і промивають у бл. 150мл води. Після поділу фаз органічну фазу подають у 2-ступінчастий змішувач-відстійник. На першій стадії органічну фазу екстрагують за допомогою 150мл води і 67г водного натрового лугу (при цьому значення pH установлюється на величину від 7 до 8). На другій стадії органічну фазу екстрагують бл. 50мл води. Зібрані водні фази концентрують відгоном ще наявного 1,2-дихлоретану і води з одержанням 50%-го розчину.

Вихід: 99,4г натрієвої солі 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадіазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду

(Водні фази від гідролізу підлуговують натровим лугом (pH прибл. від 10 до 11) і безперервно екстрагують 1,2-дихлоретаном. Одержаний розчин 2-піколіну в 1,2-дихлоретану потім зневоднюють азеотропним сушінням під вакуумом (прибл, при 400мбар) і встановлюють концентрацію 2-піколіну бл. 18%. Одержаний у такий спосіб розчин підводять для одержання аддукту).

Приклад 8

У триступінчастий каскад котлів із мішалкою подають у перший казан 100г 1,2-дихлоретену при 78°С. Після цього одночасно при 78°С 593,6г/год 12,5%-го розчину ізопропіламіду антранілової кислоти (0,417молів/год) у 1,2-дихлоретані, 632,3г/год розчину аддукту 2-піколіну з триокисом сірки в 1,2-дихлоретані (одержаного з 589,3г/год 18%-го розчину 2-піколіну (11140молів/год) у 1,2-дихлоретані і 43,0г/год триоксиду сірки (537,5молів/год)) і 39,9г/год хлорокису фосфору (260молів/год) подають у перший казан, вміст якого через певний час переливається в другий казан, де також 78°С, він наповняє третій казан, в якому також підтримують температуру 78°С. Рівень наповнення котлів із мішалкою встановлюють таким чином, що загальний час перебування становить від 1,5 до 4 годин. Уміст третього казана безперервно переливають у ще один казан, в якому реакційну суміш гідролізують водою при 50°С до 70°С, причому тут установлюється значення pH на 1 до 1,4. Двофазну суміш безперервно розділяють. Органічну фазу безперервно промивають водою, знову розділяють і потім органічну фазу екстрагують на першій стадії 2-ступінчастого змішувача-відстійника, який працює безперервно, за допомогою водного натрового лугу (при цьому значення pH установлюється на величину від 7 до 8). На другій стадії органічну фазу екстрагують невеликою кількістю води. Зібрані водні фази концентрують відгоном ще наявного 1,2-дихлоретану і води з одержанням 50%-го розчину.

Вихід: 99 до 100кг/год натрієвої солі 3-ізопропіл-1Н-2,1,3-бензотіадіазин-4(3Н)-он-2,2-діоксиду

(Водні фази від гідролізу підлуговують натровим лугом (pH прибл. від 10 до 11) і безперервно екстрагують 1,2-дихлоретаном, Одержаний розчин 2-піколіну в 1,2-дихлоретану потім зневоднюють азеотропним сушінням під вакуумом (прибл. при 400мбар) і встановлюють концентрацію 2-піколіну бл. 18%. Одержаний у такий спосіб розчин підводять для одержання аддукту).