



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104961663 A

(43) 申请公布日 2015. 10. 07

(21) 申请号 201510276733. 2

(22) 申请日 2015. 05. 27

(71) 申请人 南通沃兰化工有限公司

地址 226407 江苏省南通市如东县洋口化学  
工业园区

(72) 发明人 吴建国 孙强

(74) 专利代理机构 南京正联知识产权代理有限  
公司 32243

代理人 卢海洋

(51) Int. Cl.

C07C 311/16(2006. 01)

C07C 303/44(2006. 01)

C07C 303/38(2006. 01)

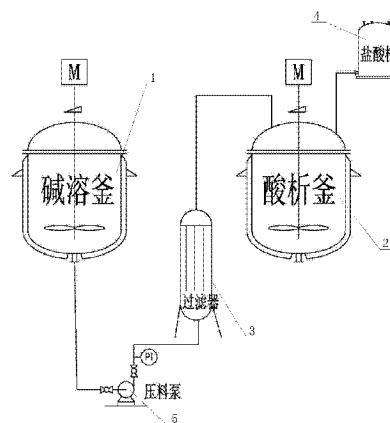
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

### (54) 发明名称

一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的设备及其方法

### (57) 摘要

本发明公开了一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的设备,它包括碱溶釜、酸析釜、过滤器、盐酸槽和压料泵。本发明还公开了一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的方法,在碱溶釜中加入水,液碱,加入邻对甲苯磺酰胺粗品,升温后保温,再通过过滤器将碱液过滤至酸析釜中,被过滤器截留的滤饼层为不溶物二苯基苯砒,在搅拌状态下滴加盐酸调整碱液的 pH 值至 1~3,溶于碱液中的邻对甲苯磺酰胺完全析出,再通过离心固液分离得到的邻对甲苯磺酰胺含量能达到 98.5% 以上,再通过甲醇重结晶就能得到优质的邻对甲苯磺酰胺产品。二甲苯基苯砒不溶于碱液而邻对甲苯磺酰胺溶于碱液的特性,通过碱液将二苯基苯砒去除。



1. 一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的设备,其特征在于:它包括碱溶釜、酸析釜、过滤器、盐酸槽和压料泵,所述碱溶釜底部通过管道与压料泵连接,所述压料泵通过管道与过滤器底部连接,所述过滤器顶部与酸析釜顶部连接,所述过滤器将碱液过滤至酸析釜中,所述盐酸槽将盐酸下料至酸析釜中。

2. 根据权利要求1所述的一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的方法,其特征在于,包括以下步骤:在碱溶釜中加入1000重量份的水,加入500~800重量份的液碱,加入邻对甲苯磺酰胺粗品1000重量份,升温至70~80℃,保温2~4小时,再通过过滤器将碱液过滤至酸析釜中,被过滤器截留的滤饼层为不溶物二苯基苯砒,在搅拌状态下滴加盐酸调整碱液的pH值至1~3,溶于碱液中的邻对甲苯磺酰胺完全析出,再通过离心固液分离得到的邻对甲苯磺酰胺含量能达到98.5%以上,再通过甲醇重结晶就能得到优质的邻对甲苯磺酰胺产品。

3. 根据权利要求2所述的一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的方法,其特征在于:所述液碱为质量浓度30%的氢氧化钠。

4. 根据权利要求2所述的一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的方法,其特征在于:所述邻对甲苯磺酰胺粗品由邻对甲苯磺酰氯进行胺化得到,邻对甲苯磺酰氯是通过甲苯和氯磺酸在低温下磺化所得,磺化过程中会产生副反应磺酰氯与甲苯傅克反应生产二甲苯基苯砒。

## 一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的设备及其方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的设备。

[0002] 本发明还涉及一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的办法。

### 背景技术

[0003] 目前生产邻对甲苯磺酰胺的工艺是通过邻对甲苯磺酰氯与氨水进行胺化所得。在反应釜中加入水作为缓释溶剂,将计量好的氨水加入反应釜中,在 50℃ 以下滴加邻对甲苯磺酰氯进行胺化得到邻对甲苯磺酰胺,再通过离心固液分离得到邻对甲苯磺酰胺粗品,通过甲醇重结晶得到邻对甲苯磺酰胺精品。

[0004] 由于邻对甲苯磺酰氯是通过甲苯和氯磺酸在低温下磺化所得,磺化过程中会产生副反应磺酰氯与甲苯傅克反应生产二甲苯基苯砒,邻对甲苯磺酰氯含量只能达到 93~95%,故胺化后得到的邻对甲苯磺酰胺粗品含量 95% 以下,通过甲醇重结晶提纯至 99% 以上难度较高,生产成本较高。

[0005] 因此,需要提供一种新的技术方案来解决上述问题。

### 发明内容

[0006] 为解决含量问题,进一步提高粗品的含量,本发明要解决的技术问题是提供一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的设备。

[0007] 本发明还要解决的技术问题是提供一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的办法,二甲苯基苯砒不溶于碱液而邻对甲苯磺酰胺溶于碱液的特性,通过碱液将二甲苯基苯砒去除。

[0008] 为解决上述技术问题,本发明的一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的设备,它包括碱溶釜、酸析釜、过滤器、盐酸槽和压料泵,所述碱溶釜底部通过管道与压料泵连接,所述压料泵通过管道与过滤器底部连接,所述过滤器顶部与酸析釜顶部连接,所述过滤器将碱液过滤至酸析釜中,所述盐酸槽将盐酸下料至酸析釜中。

[0009] 一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的方法,包括以下步骤:在碱溶釜中加入 1000 重量份的水,加入 500~800 重量份的液碱,加入邻对甲苯磺酰胺粗品 1000 重量份,升温至 70~80℃,保温 2~4 小时,再通过过滤器将碱液过滤至酸析釜中,被过滤器截留的滤饼层为不溶物二甲苯基苯砒,在搅拌状态下滴加盐酸调整碱液的 pH 值至 1~3,溶于碱液中的邻对甲苯磺酰胺完全析出,再通过离心固液分离得到的邻对甲苯磺酰胺含量能达到 98.5% 以上,再通过甲醇重结晶就能得到优质的邻对甲苯磺酰胺产品。

[0010] 所述液碱为质量浓度 30% 的氢氧化钠。

[0011] 所述邻对甲苯磺酰胺粗品由邻对甲苯磺酰氯进行胺化得到,邻对甲苯磺酰氯是通过甲苯和氯磺酸在低温下磺化所得,磺化过程中会产生副反应磺酰氯与甲苯傅克反应生产二甲苯基苯砒。

[0012] 本发明的有益效果:在邻对甲苯磺酰胺提纯工艺中,在碱溶釜中加入邻对甲苯磺酰胺粗品,溶于液碱,升温,使得邻对甲苯磺酰胺完全溶于碱液中,再通过过滤器过滤至酸

析釜中,通过盐酸中和之前的液碱,且控制 pH 值至 1~3,溶于碱液中的邻对甲苯磺酰胺完全析出,再通过离心固液分离、甲醇重结晶,得到优质的邻对甲苯磺酰胺产品。

#### 附图说明

[0013] 图 1 是本发明的结构示意图。

[0014] 1、碱溶釜,2、酸析釜,3、过滤器,4、盐酸槽,5、压料泵。

#### 具体实施方式

[0015] 为了加深对本发明的理解,下面对本发明作进一步详述,该实施例仅用于解释本发明,并不构成对本发明的保护范围的限定。

[0016] 本发明的一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的设备,它包括碱溶釜 1、酸析釜 2、过滤器 3、盐酸槽 4 和压料泵 5,碱溶釜 1 底部通过管道与压料泵 5 连接,压料泵 5 通过管道与过滤器 3 底部连接,过滤器 3 顶部与酸析釜 2 顶部连接,过滤器 3 将碱液过滤至酸析釜 2 中,盐酸槽 4 将盐酸下料至酸析釜 2 中。

[0017] 利用上述设备,一种通过碱溶酸析提高磺酰胺含量的方法,包括以下步骤:在碱溶釜中加入 1000kg 的水,加入 500~800kg 的液碱,加入邻对甲苯磺酰胺粗品 1000kg,升温至 70~80℃,保温 2~4 小时,再通过过滤器将碱液过滤至酸析釜中,被过滤器截留的滤饼层为不溶物二苯基苯磺,在搅拌状态下滴加盐酸调整碱液的 PH 值至 1~3,溶于碱液中的邻对甲苯磺酰胺完全析出,再通过离心固液分离得到的邻对甲苯磺酰胺含量能达到 98.5% 以上,再通过甲醇重结晶就能得到优质的邻对甲苯磺酰胺产品。

[0018] 邻对甲苯磺酰氯进行胺化得到邻对甲苯磺酰胺,而邻对甲苯磺酰氯是通过甲苯和氯磺酸在低温下磺化所得,磺化过程中会产生副反应磺酰氯与甲苯傅克反应生产二甲苯基苯磺,因此,邻对甲苯磺酰胺粗品带有二苯基苯磺。

[0019] 在邻对甲苯磺酰胺提纯工艺中,在碱溶釜中加入邻对甲苯磺酰胺粗品,溶于液碱,升温,使得邻对甲苯磺酰胺完全溶于碱液中,再通过过滤器过滤至酸析釜中,通过盐酸中和之前的液碱,且控制 pH 值至 1~3,溶于碱液中的邻对甲苯磺酰胺完全析出,再通过离心固液分离、甲醇重结晶,得到优质的邻对甲苯磺酰胺产品,提纯效果好,收率高。

[0020] 本工艺生产成本低,产品质量稳定,减少溶剂甲醇消耗,减少污染,降低生产废水处理难度。

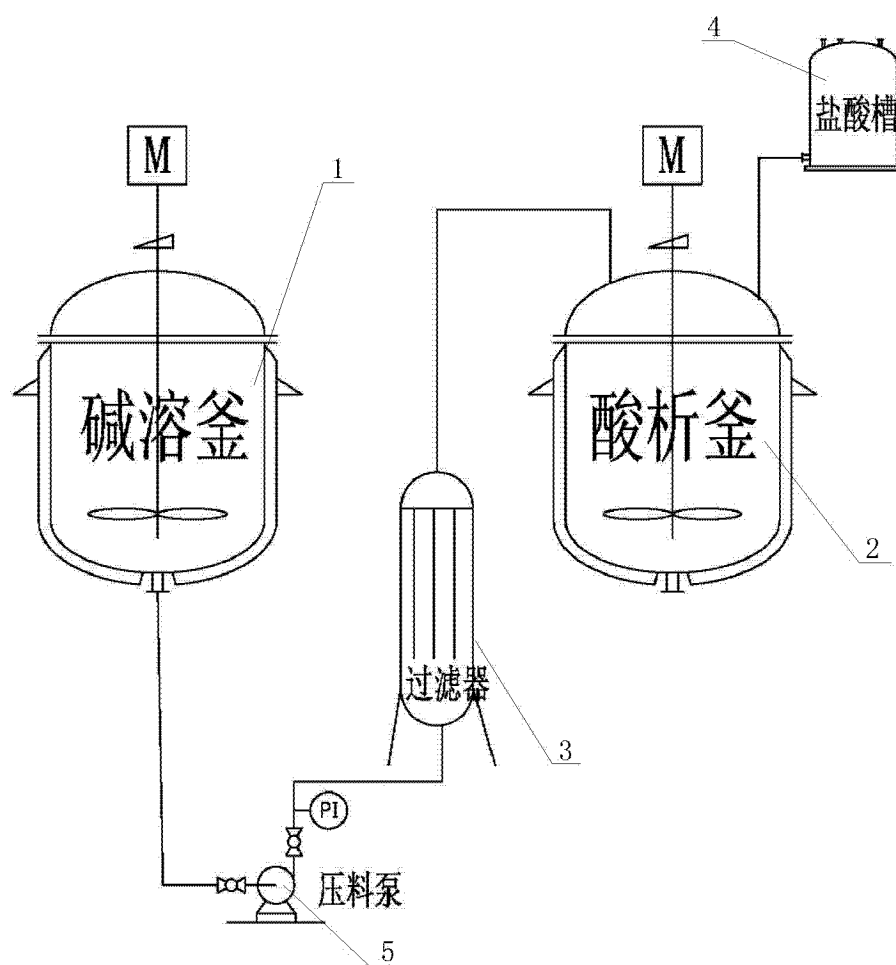


图 1