

Изобретение относится к органической химии, а именно к способам получения сульфамидов, которые используют в синтезе дневных флуоресцентных пигментов.

Известен способ получения бензолсульфамида взаимодействием бензолсульфохлорида с 20-25%-ным водным раствором аммиака при их мольном соотношении 1:3.

К водному раствору аммиака при температуре не выше 20°C и перемешивании постепенно прибавляют бензолсульфохлорид, полученную смесь нагревают до 70°C и выдерживают в течение 1 часа. Образовавшийся бензолсульфамид фильтруют, промывают водой для удаления хлористого аммония, сушат. Выход 95%, температура плавления 153-155°C, массовая доля 98,5-98,8%. Этот способ является лабораторным [1].

Наиболее близким к заявляемому по технической сущности является способ получения бензолсульфамида взаимодействием бензолсульфохлорида с 25%-ным водным аммиаком при их молярном соотношении 1:6 [2].

Подачу бензолсульфохлорида ведут в течение 3-6 часов при температуре не выше 35°C и конечном значении pH 9,5. Образовавшийся бензолсульфамид промывают методом декантации, проводят очистку активным углем с последующей кристаллизацией и выделением бензолсульфамида. Выход 72,13%, массовая доля основного продукта 96,5%, температура плавления 148°C. Количество сточных вод составляет 21,2 т на 1 т готового продукта.

В промышленности используется техническое сырье, в т.ч. бензолсульфохлорид, содержащий примеси, не растворимые в воде, например сульфоны, в количестве до 4,0%, поэтому предусмотрена очистка активным углем.

К недостаткам данного способа следует отнести низкое качество и невысокий выход целевого продукта, большую длительность процесса, образование большого количества сточных вод, использование большого избытка аммиака водного (25%-ного), сильная загазованность производственных помещений.

Задачей данного изобретения является усовершенствование способа получения арилсульфамидов, позволяющее повысить качество и выход целевого продукта, снизить длительность процесса, улучшить экологические показатели путем изменения технологических параметров получения продукта.

Поставленная задача решается предложенным способом получения арилсульфамидов общей формулы:  $ArSO_2NH_2$ , где Ar - фенил, который может быть замещен низшим алкилом, аминированием арилсульфохлорида водным аммиаком, растворением полученного при этом арилсульфамида в присутствии активного угля при нагревании, очисткой путем фильтрации, кристаллизацией и выделением целевого продукта.

Отличительной особенностью изобретения является то, что загрузку арилсульфохлорида проводят в течение 40-60 мин, при температуре 50-70°C в 10,0-12,5%-ный водный раствор аммиака при их мольном соотношении 1:(2,2-2,5) соответственно в присутствии карбамида, взятого в количестве 1-2% от массы арилсульфохлорида, аминирование заканчивают при pH 8,5-9,0.

Уменьшение загрузки карбамида до 0,5% приводит к снижению качества и выхода целевого продукта.

Увеличение загрузки карбамида до 2,5% хотя и сохраняет высокие показатели по выходу и качеству, однако заметна уже тенденция к их снижению. При этом сточные воды загрязняются избытком карбамида и расход его в таком количестве экономически невыгоден.

Проведение процесса в условиях прототипа, но с загрузкой карбамида, приводит к повышению выхода лишь на 10%, а точки плавления - до 150°C по сравнению с данными промышленного регламента.

Уменьшение загрузки аммиака водного до 2 молей приводит к снижению выхода и pH среды, ухудшению качества продукта из-за содержания в нем непрореагировавшего бензолсульфохлорида.

Увеличение загрузки аммиака водного до 3 молей приводит к повышению pH среды до 10,5, к дополнительным промывкам от избытка аммиака, снижению выхода, к ухудшению экологических показателей.

Повышение температуры при подаче бензолсульфохлорида до 75-80°C приводит к ускорению реакции аминирования и значительное выделение газообразного аммиака, что ухудшает экологию и снижает выход, в готовом продукте содержится примесь бензолсульфохлорида и побочных продуктов реакции.

Снижение температуры при подаче бензолсульфохлорида до 40-45°C приводит к замедлению процесса аминирования, при этом увеличивается продолжительность процесса до 90 мин.

Как установили авторы, использование изобретения позволит

- улучшить качество целевого продукта, а именно повысить массовую долю основного вещества до 99,5-99,8% против 96,5%, повысить температуру плавления до 155,5-156°C против 148°C;
- повысить выход целевого продукта до 98,2-98,5% против 72,13%;
- сократить расход аммиака в 3 раза;
- снизить количество сточных вод на 8,11 т на 1 т готового продукта, исключив стадию промывки технического продукта методом декантации;
- снизить длительность процесса на 11 часов;
- исключить загазованность производственных помещений.

Ниже иллюстрируется практическое осуществление предлагаемого изобретения.

Массы загружаемых компонентов даны в пересчете на 100%, кроме карбамида.

Пример 1. В колбу, снабженную мешалкой, воздушным холодильником, термометром, капельной воронкой, загружают 7,21 г (2,2 моль) аммиачной воды (массовая доля 2,2%), 0,38 г карбамида технического, 36,7 г воды, размещают 30 мин, и медленно, в течение 45 мин, добавляют 37,5 г (1 моль) бензолсульфохлорида с такой скоростью, чтобы температура реакции не повышалась выше 50-70°C. Реакция аминирования заканчивается при значении pH 8,5-9,0. Массу перемешивают в течение 1 ч, добавляют 1,13 г активного угля. Выдерживают при температуре 85-95°C в течение 1 ч, фильтруют горячим, после четырех часов кристаллизации при температуре 10-15°C выпавшие в осадок кристаллы бензолсульфамида фильтруют, сушат. Получают 32,8 г бензолсульфамида, выход 98,2%, массовая доля основного вещества 99,8%, температура плавления 165°C.

Пример 2. Проводят в условиях примера 1, с той лишь разницей, что изменены загрузка карбамида.

Примеры 7-9. Проведены в условиях примера 1, с той лишь разницей, что изменены загрузка аммиака водного.

Примеры 10-11. Проведены в условиях примера 1, но при дачу бензолсульфохлорида вели в течение 1 ч 30 мин при температуре 40-45°C и 30 мин при температуре 75-80°C.

Пример 12. Проведен в условиях прототипа, но с загрузкой карбамида.

Результаты приведены в таблице.

Пример	Бензолсульфохлорид (БСХ), г	Аммиак водный		Карбамид техн. ч., г/%	Молярное соотношение БСХ-аммиак водный	Т-ра вымораживания, °C	Время придачи БСХ, мин	pH среды	Полученный бензолсульфонид			
		масса 100 %, г	масс. доля, %						масса, г	выход, %	т. л., °C	масс. доля, %
1	37,5	7,21	10,4	0,38/1	1:2,2	50-70	45	8,5	32,8	98,2	156,0	99,8
3	37,5	7,21	10,4	0,57/1,5	1:2,2	55-65	45	8,5	32,8	98,2	156,0	99,5
4	37,5	7,21	10,4	0,76/2	1:2,2	50-68	50	8,9	32,9	98,5	155,5	99,8
5	37,5	7,21	10,4	0,19/0,5	1:2,2	50-65	45	8,5	31,7	95,0	153,0	99,1
6	37,5	7,21	10,4	0,95/2,5	1:2,2	50-70	60	9,0	32,7	98,0	155,0	99,7
7	37,5	8,19	12,46	0,38/1	1:2,5	55-69	55	9,0	32,9	98,5	156,0	99,5
8	37,5	6,55	9,85	0,38/1	1:2	50-70	50	8,7	30,1	90,0	149,0	93,5
9	37,5	9,83	13,7	0,38/1	1:3	50-70	80	10,5	30,4	91,0	153,5	99,2
10	37,5	7,21	10,4	0,38/1	1:2,2	40-45	90	8,9	32,8	98,2	155,0	99,5
11	37,5	7,21	10,4	0,38/1	1:2,2	75-80	25	9,0	30,9	92,5	149,5	97,9
12	37,5	21,5	29	0,38/1	1:5,95	20-35	6 час	10,5	27,5	82,5	150,0	98,0