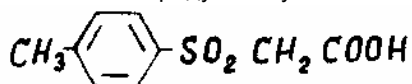


Изобретение относится к области химической технологии, а именно, к способу получения йодсульфона, являющегося органическим сульфойодидным препаратом - дийодметил-п-толилсульфон.

Известен способ получения йодсульфона (дийодметил-п-толилсульфона), заключающийся в том, что названный выше продукт получают взаимодействием п-толилсульфониуксусной кислоты



с молекулярным йодом в растворе уксусной кислоты ( $\text{H}_2\text{O}$ -HAc) с добавкой аммиака до pH 3-6 при температуре  $15^\circ\text{C}$  с обработкой хлором реакционной смеси [1].

Общими признаками заявляемого способа и известного аналога [1] является взаимодействие п-толилсульфониуксусной кислоты с молекулярным йодом.

Получение требуемого технического результата при использовании известного аналога невозможно в связи с тем, что способ проводят с использованием сложного состава растворителя - буферная смесь ( $\text{H}_2\text{O}$  - уксусная кислота - аммиачный раствор) при pH 3-6 при температуре  $15^\circ\text{C}$ , при этом выход конечного продукта не достигает количественного вследствие низкого pH среды и не полного завершения окислительно-восстановительной реакции при декарбоксилировании карбоксильной группы п-толилсульфониуксусной кислоты.

Известен способ получения йодсульфона (дийодметил-п-толилсульфона), заключающийся во взаимодействии п-толилсульфониуксусной кислоты с галогеном (йодом) на натриевую соль указанной кислоты в 5% растворе гидроксида натрия при температуре  $10^\circ\text{C}$ , выход конечного продукта не превышает 80% [2].

Общими признаками заявляемого способа и известного аналога [2] является взаимодействие натриевой соли п-толилсульфониуксусной кислоты в 5%-ном растворе гидроксида натрия.

Недостатком известного способа получения йодсульфона является проведение процесса в слабо щелочной среде при температуре  $10^\circ\text{C}$ , что не повышает выхода конечного продукта.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому является известный способ получения дийодметилсульфона, заключающийся в том, что п-толилсульфониуксусную кислоту обрабатывают 7% раствором гидроксида натрия в щелочной среде при температуре  $+5^\circ\text{C}$  молекулярным йодом в течение 1 часа с последующей выдержкой при комнатной температуре 1,5 часа. Выход целевого продукта составляет 92,6%, температура плавления  $148-148,5^\circ\text{C}$  [3].

Для прототипа и заявляемого способа общими являются следующие существенные признаки: получение натриевой соли, п-толуолсульфитокислоты из п-толуолсульфохлорида, взаимодействие натриевой соли п-толуолсульфитокислоты с монохлоруксусной кислотой с образованием п-толилсульфониуксусной кислоты и взаимодействие последней в щелочной среде с молекулярным йодом при температуре  $5^\circ\text{C}$  в течение 1 часа с последующей выдержкой при комнатной температуре 1,5 часа.

Получение требуемого технического результата при использовании прототипа невозможно потому, что низкая концентрация гидроксида натрия и молекулярного йода в расчете на 1 моль п-толилсульфониуксусной кислоты не позволяет достигнуть выхода выше 92-92,5%. Повышение концентрации гидроксида натрия примерно в 2 раза и увеличение концентрации молекулярного йода на 0,15-0,2 моль позволяют повысить выход йодсульфона (дийодметил-п-толилсульфона) до 95-100% от теоретического. Избыток молекулярного йода, переходя в йодид натрия возвращается в реакцию окислительным действием газообразного хлора. Таким образом, использование молекулярного йода 100% и выход по йоду тоже достигает 100%.

В основу изобретения поставлена задача создать такой способ получения "йодсульфона", в котором за счет использования эффективных катализаторов в процессе проведения способа и гидроксида натрия а качестве щелочной среды, обеспечивается повышение конверсии (до 100%) исходных веществ (т.е. увеличение количества прореагировавших веществ) и получение целевого продукта без образования побочных токсичных или ядовитых веществ. За счет этого достигается сокращение времени проведения процесса, повышение выхода конечного продукта до 100% от теоретического, снижение энергоемкости производства в целом, полное использование исходного сырья, отсутствие экологически загрязняющих выбросов в водный и воздушный бассейны.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения йодсульфона (дийодметил-п-толилсульфона) включающем получение натриевой соли п-толуолсульфитокислоты из п-толуолсульфохлорида, взаимодействие натриевой соли п-толуолсульфитокислоты с монохлоруксусной кислотой с образованием п-толилсульфониуксусной кислоты и взаимодействие последней в щелочной среде с молекулярным йодом при температуре  $5^\circ\text{C}$  в течение 1 часа с последующей выдержкой при комнатной температуре 1,5 часа, согласно изобретению, взаимодействие п-толуолсульфохлорида с превращением его в натриевую соль п-толуолсульфитокислоту, а также превращение п-толилсульфониуксусной кислоты в дийодметил-п-толилсульфон (йодсульфон) проводят в присутствии катализаторов, а в качестве щелочной среды используют гидроксид натрия. Кроме того, в качестве катализаторов используют четвертичные аммониевые соли типа бензилтриэтиламмоний хлорид, тетрабутиламмоний йодид и другие.

От прототипа заявляемое изобретение отличается тем, что взаимодействие п-толуолсульфохлорида с превращением его в натриевую соль п-толуолсульфитокислоту, а также превращение п-толилсульфониуксусной кислоты в дийодметил-п-толилсульфон (йодсульфон) проводят в присутствии катализаторов, а в качестве щелочной среды используют гидроксид натрия. Кроме того, в качестве катализаторов используют четвертичные аммониевые соли типа бензилтриэтиламмоний хлорид, тетрабутиламмоний йодид и другие.

В результате использования заявляемого изобретения обеспечивается получение технического результата, заключающегося в повышении конверсии (до 100%) исходных веществ на каждой стадии и

получение целевого продукта без образования побочных токсичных или ядовитых веществ. Кроме того, использование в качестве катализаторов четвертичных аммониевых солей способствует увеличению количества экологически чистого целевого продукта.

В заявляемом способе получения йод-сульфона все основные три технологические стадии процесса проводят при умеренных или пониженных температурах, что обеспечивает малозатратность процесса, а использование эффективных катализаторов и гидроксида натрия в качестве щелочной среды позволяет повысить конверсию (до 100%) исходных веществ (т.е. увеличить количество прореагировавших веществ) и целевой продукт без образования побочных токсичных или ядовитых веществ.

Отличительные существенные признаки заявляемого способа позволяют не только ускорить процесс в целом, но и довести выходы целевых продуктов на каждой стадии до 100% от теоретически возможного, что в конечном итоге приводит к повышению выхода йодсульфона до 100% от теоретического.

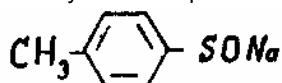
На приведенном чертеже изображен общий вид установки для проведения способа получения йодсульфона.

Установка включает реактор синтеза 1 с обратным и прямым холодильником 2, мерник бензольного раствора 3, быстроходную мешалку 4, приемник воды 5, друл-фильтр 6, приемник маточника 7, емкость для щелочного раствора 8.

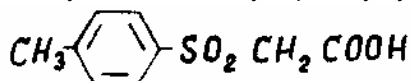
Заявляемый способ получения йодсульфона осуществляют следующим образом.

Технологический процесс состоит в основном из трех стадий:

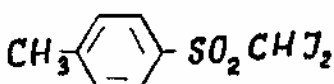
1. Получение натриевой соли п-толуол-сульфитокислоты



2. Получение п-толилсульфонилюксусной кислоты



3. Получение дийодметил-п-толилсульфона



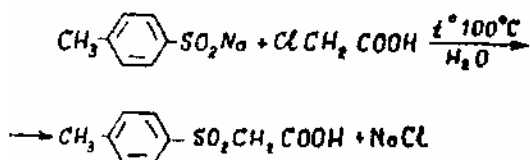
а также вспомогательных стадий: отделение водного слоя от органического, отгонка воды, фильтрация, промывка и перекристаллизация йодсульфона.

Способ получения йодсульфона осуществляют следующим образом.

В эмалированный реактор 1 загружают через мерник 3 воду, сульфит натрия, гидрокарбонат натрия и катализатор - бензилтри-этиламмоний хлорид (четвертичная аммониевая соль).

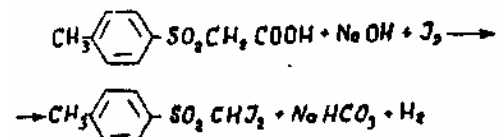
Включают мешалку 4 и перемешивают при комнатной температуре до полного растворения солей, загруженных в реактор 1, в воде. Затем из мерника 3 при интенсивном перемешивании загружают раствор свежеперегнанного п-толуолсульфохлорида в бензоле или толуоле. Перемешивание реакционной смеси продолжают в течение 4...6 часов в зависимости от типа катализатора. Затем отделяют водный слой от органического (сифонированием) и производят отгонку воды 1/2 объема реакционной смеси, либо без отгонки воды.

Далее проводят процесс получения п-толилсульфонилюксусной кислоты



В реактор 1 загружают к раствору натриевой соли п-толуолсульфитокислоты в воде, расчетное количество монохлоруксусной кислоты через мерник 3. Включают мешалку 4. Подают пар в рубашку реактора 1. При температуре 100°C, перемешивая, проводят синтез в течение 4 часов.

Далее проводят процесс получения дийодметил-п-толилсульфона (йодсульфона).



В реактор 1 к п-толилсульфонилюксусной кислоте в мерник 3 загружают раствор гидроксида натрия. Включают мешалку 4. Затем в охлажденную смесь до -4...-5°C через мерник 3 загружают йод. Реакционную смесь выдерживают при -4...-5°C, хорошо перемешивая в течение 1...1,5 часа и еще 1,5 часа при комнатной температуре.

Затем через нижний спуск реактора 1 реакционную смесь сливают на фильтр 6 полученный продукт, хорошо промывают дистиллированной водой на фильтре до нейтральной реакции pH 7 по универсальному индикатору. Потом 10% раствором тиосульфата натрия с последующей промывкой водой. Сушка сырого продукта в вакуум-сушильном шкафу при 100...110°C. При необходимости производят очистку йодсульфона перекристаллизацией из бутанола.

Характеристика конечного продукта:

Эмпирическая формула C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>SO<sub>2</sub>I<sub>2</sub>

**Структурная формула**  $\text{CH}_3\text{-}\langle\text{C}_6\text{H}_4\rangle\text{-SO}_2\text{CH}_3$

По внешнему виду йодсульфон - кристаллический продукт светло-желтого цвета без запаха с температурой плавления 148°C.

Физико-химические свойства йодсульфона:

**Молекулярная**

**масса** 418

**Содержание**

**йода, %:** 60,76 (вычисленное)

60,75 (найдено)

Выход конечного продукта по стадиям технологического процесса:

№№ п/п	Наименование стадии	Выход в %	Наименование потерь
1	Получение натриевой соли-п-толуолсульфитовой кислоты	100	Нет
2	Получение п-толилсульфонилуксусной кислоты	100	Нет
3	Получение дийодметил-п-толилсульфона	97-100	Нет

