

ИССЛЕДОВАНИЕ ОЧИСТКИ БЕНЗОЛСУЛЬФОКИСЛОГО
АНТИПИРИНА В СЕЛЕКТИВНОМ РАСТВОРИТЕЛЕ

М.С.Ланцман, И.П.Чашин, Г.М.Хаят, Н.М.Шевель, В.И.Редекон

В производстве амидопирин продукт первой стадии является бензолсульфокислый антипирин (БСКА). При существующей периодической схеме производства очистки БСКА осуществляется путем перекристаллизации его из водного раствора. Из-за неудовлетворительной работы кристаллизаторов периодического действия и довольно высокой растворимости БСКА в воде при температуре конца кристаллизации возникла необходимость в поисках нового способа очистки БСКА с целью получения чистого продукта при его минимальных потерях.

Одним из основных свойств при выборе метода очистки является растворимость вещества в том или ином растворителе.

Наряду с экспериментальными методами существуют эмпирические выражения для определения растворимости [1]. Если при кристаллизации вещества происходит включение в кристаллическую решетку молекул растворителя, это обязательно отражается на характере кристаллической растворимости. При отсутствии в растворе третьего компонента (примеси) растворимость основного вещества обычно понижается, что особенно заметно для соединений с одинаковыми ионами.

Все вышесказанное и предопределило необходимость в экспериментальном определении растворимости БСКА в некоторых растворителях. Для выяснения некоторых факторов, влияющих на процесс селективной очистки, необходимо было выявить влияние различных растворителей на целевой продукт, а также найти растворитель, который хорошо бы растворял примеси, не растворяя БСКА, было бы дешевым, малотоксичным и обладал бы некоторыми другими полезными, с технологической точки зрения, свойствами.

Предварительными установочными опытами для эксперимента были

выбраны следующие растворители: вода, этиловый спирт, ацетон и диоксан. Растворители выбраны, исходя из их свойства: в большей степени растворять примеси и в меньшей степени – основное вещество, т.е. БСКА.

Существует ряд методик по снятию кривых растворимости [2], но из-за ряда недостатков, сложности и трудоемкости, нами принята следующая методика, удовлетворяющая целям работы.

Предварительно многократно перекристаллизованный из раствора этилового спирта БСКА с температурой плавления 110°C высушивался до постоянного веса и использовался для определения кривых растворимости. Навеска БСКА около 10 г помещается в просушенный и взвешенный бюкс и заливается определенным количеством растворителя, которое определяется для каждой температуры постановочными опытами. Бюксы помещаются в термостат и выдерживаются при выбранных температурах и перемешивании в течение 2 часов. Не вынимая бюксов из термостата, осторожно сливают растворенный в растворителе БСКА с целью предохранения раствора от выпадения кристаллов, т.е. нарушения равновесия. Оставшийся нерастворенный БСКА вместе с бюксами просушивается при температуре $50-60^{\circ}\text{C}$ до постоянного веса и по разности весов определяется количество БСКА, растворенного в растворителе.

Опыты для каждой температуры повторялись пятикратно, ошибка опыта лежит в пределах 0,2 – 0,3 % вес.

Результаты исследования по растворимости БСКА в выбранных растворителях представлены в табл. I.

Т а б л и ц а I

№ п/п	Температура, $^{\circ}\text{C}$	Среднее количество растворенного БСКА в г/100 г растворителя			
		вода	ацетон	n-диоксан	этиловый спирт
1	5	2,85	0,44	0,31	1,28
2	10	3,46	0,81	0,48	2,20
3	20	4,33	1,32	0,48	6,20
4	25	5,19	1,33	0,48	8,18
5	30	5,19	2,09	2,20	11,24
6	35	5,95	2,80	8,48	13,20
7	40	6,75	3,15	14,80	16,76
8	50	11,87	4,88	25,45	23,98

На основании экспериментальных данных после обработки их на ЭЦВМ "Мир-1" построены кривые растворимости чистого БСКА, представленные на рис. I.

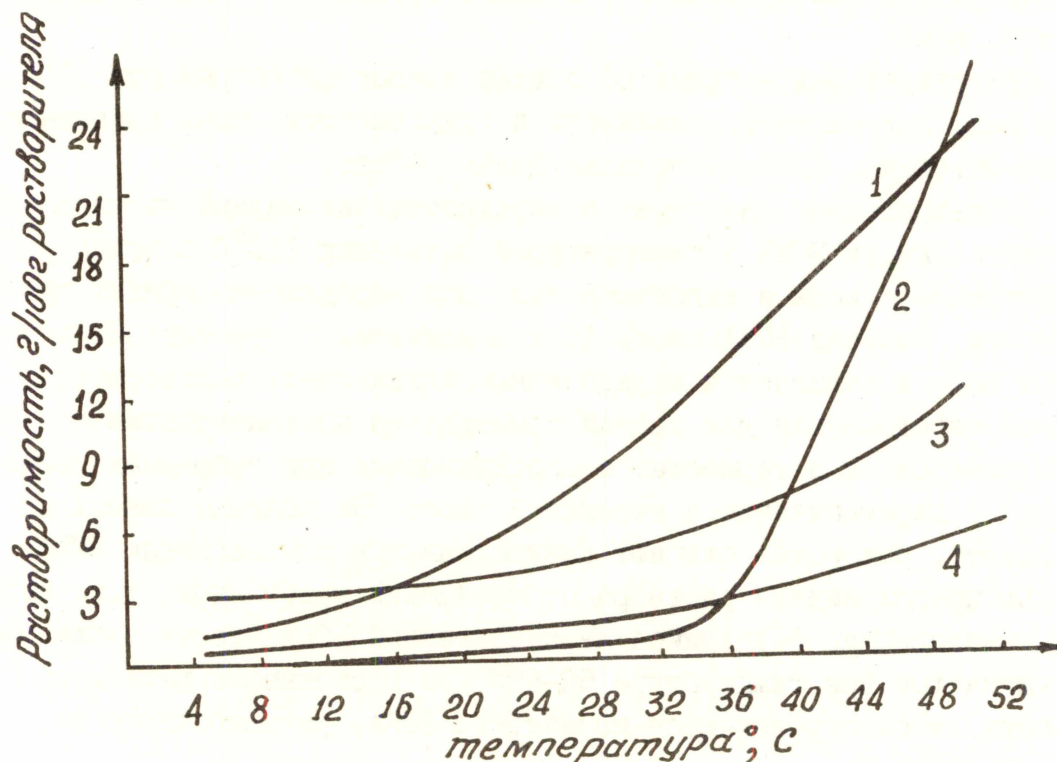


Рис. I Кривые растворимости БСКА в некоторых растворителях: 1 - этиловый спирт; 2 - диоксан; 3 - вода; 4 - ацетон.

Кривые растворимости могут служить критерием для выбора растворителя. Анализируя ход кривых и учитывая, что в диоксане и ацетоне примеси растворяются в большей степени, чем в воде и этиловом спирте, можно выбрать первые, но учитывая большой рост растворимости БСКА в диоксане, начиная с 28°C, предпочтительнее выбрать ацетон.

Л и т е р а т у р а

1. К.Ф.Павлов. Условия линейности химико-технологических функций. ЖЛХ, № 6, 1936.
2. М.В.Товбин, С.И.Краснова. Устойчивость пересыщенных растворов труднорастворимых солей. Украинский химический журнал, т. 21, в. I, 1955.