

(19) **KG** (11) **46** (13) **C2**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНТСТВО
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)
(51)⁴ **C07C 149/20**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ к патенту Кыргызской Республики

(10) 1428193
(21) 3812267/811
(22) 13.11.1984
(31) 550857
(32) 14.11.1983
(33) US
(46) 01.02.1995, Бюл. №1, 1996

(71) Монсанто Компани, US
(72) Лоренс Рассель Вольф, Деннис Артур Руст, Масахару Такано, US
(73) Новус Интернэшнл Инк., US

(56) Патент США №2745745, кл. 99 - 4, опубл. 1956

(54) Способ получения 2-окси-4-(метилтио)-масляной кислоты

(57) Изобретение касается сероорганических веществ, в частности способа получения 2-окси-4-(метилтио)-масляной кислоты, которая может быть использована как добавка к кормам в сельском хозяйстве. Цель изобретения - повышение качества целевого продукта. Процесс ведут а) гидролизом 2-окси-4-(метилтио)-бутиронитрила 50 -70 %-ной H₂SO₄ при 25 - 65°C; б) обработкой полученного 2-окси-4-(метилтио)-бутирамида 30 - 50 %-ной H₂SO₄ при 89 - 120°C; в) экстракцией с несмешивающимся с водой органическим растворителем (метилпропилкетон, 2-пентанол, н-бутилацетат и др.); г) реэкстракцией целевого продукта в присутствии H₂O, взятой в количестве 5 - 12,2 мас. % в пересчете на экстракт. Способ позволяет получать композиции с отношением мономера и. олигомера > 2,8; цветом (индекс Гарднера) < 10, вязкостью 90 сСт (против 3,38; 18; 109). 7 табл.

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения 2-окси-4-(метилтио)-масляной кислоты (НМВА), которая может быть использована как добавка к корму, в частности, для домашней птицы.

Целью изобретения является повышение качества целевого продукта, т.е. имеющего более светлый цвет, меньшую вязкость и лучшую теплостойкость, что достигается гидролизом 2-окси-4-(метилтио)-бутиронитрила (НМВН) сначала 50 - 70 %-ной серной кислотой при 25 - 65°C с последующей обработкой полученного при этом 2-окси-4-(метилтио)-бутирамида 30 - 50 %-ной серной кислотой при 89-120°C, экстракцией с несмешивающимся с водой органическим растворителем и экстракцией целевого

продукта в присутствии воды в количестве 5 - 12,2 мас. % в пересчете на экстракт.

Пример 1. HMBN (132,10 г, 95 %-ной чистоты после газовой хроматографии), полученный из метилмеркаптана, акролеина и цианистого водорода, добавляют к 50 %-ному по весу водному раствору серной кислоты (196,14 г) при 50°C в течение 30 мин в колбу с рубашкой, снабженной мешалкой, емкостью 1000 мл. Полученную смесь выдерживают еще 30 мин при 50°C. Промежуточный гидролизат быстро нагревают до 90°C (в течение 20 мин) и снова подвергают реакции в течение 100 мин при 90°C. Через 13 мин при 90°C происходит разделение фаз, где органический слой, содержащий HMVA, выделяется в виде соли. По завершении реакции гидролиза, добавляют 28 %-ный по весу аммиачный раствор (58,97 г) к гидролизату при 80°C в течение 20 мин. После добавки немного более чем половины аммиачного раствора из водной фазы осаждаются мелкие кристаллы. В конце добавки аммиака при значении pH 1,76 из-за сильной кристаллизации было очень трудно перемешивать смесь.

Для выделения HMVA из побочных продуктов, содержащихся в нейтрализованном гидролизате, применяют три способа.

В первом из этих способов нейтрализованный гидролизат (50 мл, 63 г) смешивают с метилпропилкетоном (50 мл) и водой (10 мл) для экстрагирования HMVA из водной в органическую кетоновую фазу. Кристаллы сульфата аммония остаются в водном слое. Обе фазы подвергаются анализу, результаты которого приведены в табл. 1.

Таблица 1

Слой	Мономер HMVA %	Олигомеры HMVA %	HMVA %	H ₂ O, %
Органический	27,7	9,03	36,7	7,53
Водный	0,22	0,39	0,61	53,4

Растворитель упаривают из органической фазы под вакуумом при 70°C в течение 60 мин, затем давление пара снижается до 16 мм рт.ст. абс. Продукт анализируют, он содержит 75,5 вес. % мономера HMVA, 22,8 вес. % олигомеров HMVA и 0,65 вес. % воды. 88 %-ный по весу раствор HMVA в воде имеет цвет, который на шкале Гарднера показывает значение 5.

Согласно второму способу получения нейтрализованный гидролизат (50 мл) смешивают с метилпропилкетоном (50 мл) с целью экстракции HMVA. После смешения гидролизата и растворителя разделение фаз становится трудным из-за высокого содержания твердых веществ. По завершении разделения, после отстаивания в течение ночи органическую и водную фазы подвергают анализу, результаты которого приведены в табл.2.

Таблица 2

Слой	Мономер HMVA %	Олигомеры HMVA %	HMVA %	H ₂ O, %
Органический	28,8	8,34	37,12	7,61
Водный	0,17	0,50	0,67	52,8

Растворитель упаривают из органического слоя под вакуумом при 70°C в течение 60 мин, причем понижается давление пара до 16 мм рт.ст., продукт HMVA на дне анализируют, он содержит 74,9 вес. % мономера HMVA, 23,7 вес. % олигомеров HMVA и

0,60 вес. % воды. Значение цвета 88 %-ного раствора продукта HMVA в воде на шкале Гарднера составляет от 4 до 5.

В третьем способе разделения нейтрализованный гидролизат дистиллируют от летучих под вакуумом при 70°C в течение 60 мин, причем давление пара снижается до 15 мм рт.ст. абс. В перегонном сосуде образуется очень густой шлам. Отфильтровав твердые вещества, фильтрат анализируют. Он содержит 75,2 вес. % мономера HMVA, 20,2 вес. % олигомеров HMVA и 3,28 вес. % воды. Значение цвета 88 %-ного по весу раствора продукта HMVA в воде на шкале Гарднера составляет от 4 до 5.

Пример 2. HMVN (200), полученный по способу примера 1, медленно добавляют к 50 %-ному по весу раствору серной кислоты (299 г) при 50°C в течение 30 мин в колбу с рубашкой емкостью 1000 мл. Полученную смесь выдерживают еще в течение 30 мин. Полученный промежуточный гидролизат быстро нагревают до 90°C (в течение 20 мин) и выдерживают еще в течение 100 мин. После 60 мин при 90°C гидролизат приобретает коричневатый цвет. Конечный гидролизат состоит из двух фаз.

Не подвергая гидролизат нейтрализации, его смешивают с одинаковым количеством метилпропилкетона и после разделения фаз растворитель отгоняют в вакууме от экстракта при 70°C в течение 120 мин. Полученный продукт содержит 63,6 вес. % мономера HMVA, 35,2 вес. % олигомеров HMVA, 0,11 вес. % HMVN, 0,61 вес. % промежуточного амида, 2,11 вес. % воды и 0,27 вес. % сульфатных ионов. Цвет 88 %-ного водного раствора продукта на шкале Гарднера имеет значение от 5 до 6.

Пример 3. HMVN (656 г), полученный по способу примера 1, при перемешивании медленно добавляют к 50 %-ному водному раствору серной кислоты (981 г) при 50°C в течение 60 мин, в реактор вместимостью 2 л, снабженный пропеллерной мешалкой. Полученный раствор выдерживают еще в течение 30 мин, затем температуру реакции повышают до 90°C в течение 26-30 мин и выдерживают при 90°C в течение 120 мин. По окончании реакции порцию гидролизата (1604,4 г) смешивают с метилпропилкетоном (1283,5 г) при 50-60°C в разделительном сосуде емкостью 5 л в течение ок. 10 мин, чтобы экстрагировать продукт HMVA из гидролизата. Затем водную фазу удаляют из сосуда и слой экстракта (2073,2 г) промывают водой (207,5 г) при 50°C. Водный слой (48,8 г; 6,0 %, HMVA) выливают из сосуда.

Раствор упаривают из экстракта под вакуумом при 50°C, продолжая перегонку, пока давление пара не снизилось до 30 мм рт.ст. Затем к остатку под поверхностью добавляют воду (20 мл) и температуру в перегонном сосуде повышают до 70°C, чтобы отгонять остаточный растворитель с водяным паром. Когда давление пара снижается до 20 мм рт. ст. абс. при 70°C дистилляция с водяным паром закончена. Чистый продукт, оставшийся в перегонном сосуде, после дистилляции с водяным паром подвергают анализу. Он содержит 74,0 вес. % мономера HMVA, 24,4 вес. %. олигомеров HMVA, 1,8 вес. % воды и 0,45 вес. % сульфатных ионов. Этот продукт разбавляют водой, получая 88 %-ный по весу продукт HMVA, цвет которого на шкале Гарднера имеет значения от 5 до 6.

Пример 4. HMVN (263,16 г), полученный способом примера 1, медленно добавляют к 65 %-ному по весу раствору серной кислоты (301,45 г) при 50°C в течение 60 мин в колбу с рубашкой емкостью 1000 мл, снабженную мешалкой. Полученную смесь выдерживают в течение 30 мин при 50°C. Затем к промежуточному гидролизату добавляют воду (188,91 г), чтобы снизить концентрацию гидролизующей кислоты до 40 % по массе на основе отсутствия нитрила. Температуру содержимого реактора затем повышают с 50 до 90°C (в течение 25 мин) и выдерживают при 90°C в течение 115 мин.

На первой стадии гидролиза (т.е. во время реакции) в 65 %-ном растворе серной кислоты (начальная концентрация при 50°C) вязкость реакционной смеси сильно повышается и реакционная система начинает образовать две отдельные фазы, одна из них содержит промежуточный 2-окси-4-метилтиобутирамид, а другая - только что добавленный к смеси HMVN.

Во время второй фазы гидролиза, т.е. в ходе превращения промежуточного амида в кислотный продукт при температуре 90°C, сохраняется одна фаза без всякого разделения фаз. По окончании гидролиза гидролизат подвергают анализу, он содержит 35,21 вес. % мономера HMVA, 0,31 вес. % димера HMVA, 0,01 вес. % HMBN и 0,01 вес. % промежуточного амида.

Другую порцию гидролизата HMVA данного примера подвергают экстракции, применяя различные растворители.

В каждом примере 100 вес.ч. гидролизата смешивают с 60 вес.ч. растворителя в разделительном сосуде. После перемешивания и разделения фаз 100 вес.ч. органического слоя промывают 12,5 вес.ч. воды и водный рафинат (100 вес.ч.) промывают 60 вес.ч. растворителя. Все экстракции проводят при комнатной температуре, т.е. при 25°C. Для каждого растворителя определяют коэффициенты распределения при равновесии между органической и водной фазами. Коэффициент распределения определяют по концентрации HMVA в органической фазе в соотношении к концентрации HMVA в водной фазе. Результаты экстракций с различными растворителями в данном примере приведены в табл.3.

Таблица 3

Растворитель (точка кипения)	Экстракт в отнош. промывочной воды	Растворите ль в отношени и рафината
1	2	3
Метилэтилкетон (79,6°C)	5,4	14,6
Метил-н-пропил- кетон (102°C)	4,3	6,2
Метилизобутил- кетон(116,9°C)	2,6	4,7
н-Бутанол (117,3°C)	15,4	24,0
изо-Бутанол (107,9°C)	11,2	9,7
втор.-Бутанол (99,5°C)	9,6	11,9
трет.Бутанол (82,8°C)	Нет разделения фаз	20,5
2-Пентанол (118,9°C)	5,2	15,3
н-Амиловый спирт (137,5°C)	12,3	15,3
н-Бутиральдегид (75,7°C)	1,4	12,6
Этилацетат (77,1°C)	Нет разделения фаз	6,3
н-Бутилацетат (126,5°C)	1,9	4,9
н-Пропилацетат (101,6°C)	2,4	7,5

изо- Пропилацетат	2,3	5,4
Диэтиловый эфир (34,6°C)	2,6	4,5
Дизопропилю- вый эфир (68°C)	0,1	2,1
Хлористый метилен (40°C)	6,7	0,6
Дихлорэтан (86,7°C)	10,4	0,8
Трихлорэтилен (86,7°C)	9,2	1,8

Пример 5. Получают НМВА по следующей схеме. В этой системе гидролизат НМВА получают в периодической системе реакции, состоящей из одиночного реактора, снабженного мешалкой, однако на двух стадиях реакции. На первой стадии НМВН медленно добавляют к серной кислоте, причем получают промежуточный гидролизат, содержащий 2-окси-4-метилтиобутирамид. Промежуточный гидролизат разбавляют водой и повышают температуру, чтобы превратить промежуточный амид в НМВА. Окончательный гидролизат подают в промежуточный сосуд. Оттуда его непрерывно подают приблизительно в середину экстракционной колонны Карра с сетчатыми тарелками, в которую растворитель подают возле дна, а промывную воду возле верха. Верхний погон экстракта предварительно нагревают в теплообменнике и подают в колонну для дистилляции с водяным паром. На низу колонны находится жидкий продукт, содержащий НМВА и воду. Пары из верхней части колонны конденсируются в конденсаторе и направляются в сепаратор, из которого растворитель рециркулируется в нижнюю часть экстракционной колонны, а вода рециркулируется в верхнюю часть экстракционной колонны для промывки.

Выходящий из низа экстракционной колонны рафинат подвергают дистилляции с водяным паром в колонне, чтобы выделить остаточный растворитель из паров в верхней части колонны, которые также направляются к конденсатору, где они конденсируются и подаются в сепаратор. На дне колонны находятся водные отходы, которые удаляются.

В типичном периодическом гидролизе данного примера 65,1 мас. % серной кислоты (142,3 кг) подают в реактор на стадии 1 и в реактор медленно добавляют НМВН (120,1 кг) в течение 61 мин при температуре от 50 до 54°C. На стадии 1А промежуточный гидролизат разбавляют до концентрации кислоты 40,1 % (на основе отсутствия нитрила), добавляя воду и нагревая до 89°C в течение 30 мин. Затем гидролизат еще выдерживают при 90°C в течение 75 мин. Затем удаляют летучие компоненты, постепенно снижая давление примерно до 110 мм рт.ст. абс. в течение ок. 45 мин, снижая температуру примерно до 65°C. Приблизительно 1 кг вещества улетучиваются. Затем гидролизат вливают в промежуточный сосуд.

Конечный гидролизат из промежуточного сосуда непрерывно подают в колонну в количестве 181 г/мин и метилизо-бутилкетоновый растворитель (МИВК) подают в нижнюю часть экстракционной колонны в количестве 100 г/мин. Промывную воду вводят в верхнюю часть колонны. В колонне проводят непрерывную противоточную экстракцию примерно при 59°C при возвратно-поступательном движении тарелок с 140-228 ударами в минуту, получая экстракт, который удаляют из верха колонны, и водный рафинат, который удаляют из низа колонны. Предварительно нагретый в теплообменнике экстракт подают в колонну для перегонки с водяным паром, где дистиллируют растворитель при давлении 235 мм рт.ст. в верху, при 82°C в верхней части колонны и 88°C в нижней части колонны, получая низовой продукт в количестве 78 г/мин, который состоит из водного раствора НМВА. Пары из верхней части, содержащие 100 г/мин (МИВК) и 50 г/мин воды,

конденсируются в конденсаторе и поступают в сепаратор.

Рафинат из низа колонны подвергают перегонке с водяным паром в колонне при давлении в верхней части колонны 760 мм рт.ст., температуре верха 97°C и температуре в сосуде 107°C, получая пар в верхней части, содержащий 0,9 г/мин МВК и 5 г/мин воды, которые смешивают с парами из верхней части колонны, конденсируют в конденсаторе и направляют в сепаратор. При дистилляции рафината в колонне в нижней части колонны получают продукт 144 г/мин, который направляют к отходам.

Экстракционная колонна представляет собой колонну Карра с ситчатой тарелкой диаметром 2,54 см и высотой 2,1 м.

После достижения стабилизированного состояния гидролизат, поступающий из сосуда, и водный продукт из низа перегонной колонны периодически отбирают для анализа. Результаты анализов приведены в табл.4.

Таблица 4

Показатель	Гидролизат, %	Продукт, %
НМВА	38,2-42,3	89,2-91,8
Вода	25,1 -28,4	8,20 - 10,8
Сульфатный ион	25,6 - 28,0	0,45 - 1,3
Мономер НМВА	33,9-35,1	72,8 - 80,2
Олигомеры НМВА	4,3 - 7,2	11,4-16,9
Цвет (по Гарднеру)	2-4	3,5-5,5

Пример 6. Гидролизат получают по способу примера 5. В экстракционную колонну Карра подают гидролизат в количестве 204 г/мин. Колонна работает при 60°C, вводят растворитель МВК в количестве 112 г/мин и промывную воду в количестве 23 г/мин, сит-чатая тарелка сотрясается со 170 ударами в минуту, получают экстракт, который предварительно нагревают до 99,5°C при абсолютном давлении 451 мм рт. ст. и направляют в перегонную колонну для экстракта. В верхней части колонны давление составляет 451 мм рт. ст. и температура 99,5°C, в сосуде - температура 102°C, в нижней части колонны получают концентрированный водный продукт НМВА в количестве 94,0 г/мин. В верхней части перегонной колонны для экстракта образуются пары в количестве 112 г/мин МВК и 42,5 г/мин воды. Эти пары смешивают с верхними парами от перегонки рафината, конденсируют и подают в сепаратор. Рафинат, образующийся на дне экстракционной колонны, подают в колонну для перегонки рафината, удаляя растворитель перегонкой при давлении 451 мм рт.ст. и температуре 93°C в верхней части колонны и 94°C в нижней части колонны. В верхней части колонны образуются пары в количестве 0,7 г/мин МВК и 12,5 г/мин воды. Эти пары смешивают с верхними парами от перегонной колонны для экстракта, конденсируют и подают в сепаратор. На дне перегонной колонны рафината образуются водные отходы в количестве 129,0 г/мин, которые удаляют.

После достижения стабилизированного состояния в данном примере периодически отбирают пробы продукта и анализируют. В табл.5 приведены результаты этих анализов.

Таблица 5

Показатель	Гидролизат, %	Продукт, %
НМВА	41,2-41,6	87,1-91,9
Вода	25,5 - 26,6	11,8-12,2
Сульфатный ион	27,1-27,9	0,52 - 0,62

Мономер НМВА	-	74,9 - 75,4
Олигомеры НМВА	-	13,8-15,0
Цвет (по Гарднеру)	-	3

Пример 7. 63,1 вес. %. раствора серной кислоты (1555 г, содержащий 980 г, т.е. 10 моль серной кислоты) подают в реактор, снабженный мешалкой емкостью 5 л. В течение часа HMBN (1310 г; 10 моль) добавляют к серной кислоте в реакторе при 50°C, в то время как реактор охлаждают ледяной ванной. По завершении добавки нитрила полученную смесь выдерживают при 50°C в течение получаса, затем добавляют воду (900 г) и полученную разбавленную смесь (40%-ная по массе серная кислота на основе отсутствия нитрила) нагревают до 90°C в течение часа и еще час выдерживают с целью превращения амида в кислотный продукт.

Конечный гидролизат упаривают под вакуумом при 70-90°C, пока не будет достигнуто конечное давление 100 мм рт.ст., причем было удалено 37 г летучих. Во время отгона летучих из гидролизата осадилось небольшое количество твердых веществ, добавляют 2,2 г воды, чтобы растворить твердые вещества.

Выделяют НМВА из порции гидролизата, работая с противоточной экстракционной системой на четырех ступенях. Согласно этому примеру гидролизат (200 г) и МВК (40 г) смешивают на первой ступени, получая экстракт и рафинат. Порцию (100 г) рафината подают совместно с МВК (20 г) на вторую ступень. После выделения экстракта на второй стадии 85 г рафината второй ступени направляют на третью ступень, где перемешивают с дополнительной порцией МВК (17 г). После выделения экстракта на третьей стадии 70 г рафината третьей стадии смешивают с МВК (14 г) на четвертой ступени. Все экстракции проводят при комнатной температуре. После разделения фаз на каждой ступени экстракции фазы экстракта и рафината анализируют относительно НМВА, результаты приведены в табл.6.

Таблица 6

Ступень	Анализ НМВА, вес. %	
	Экстракт	Рафинат
1	57,6	5,67
2	16,4	1,82
3	5,5	0,70
4	2,0	0,28

Пример 8. HMBN (107,6 кг) добавляют к 64,9 %-ному по весу раствору серной кислоты (123,9 кг) в эмалированный реактор вместимостью 38 л, снабженный внешним теплообменником, циркуляционным насосом и трубопроводами для циркуляции и охлаждения содержимого реактора. Нитрил добавляют в течение 59 мин. В течение первых девяти минут смесь нагревается с 30 до 60°C и в течение последних 50 мин температура поддерживается при 60°C. После завершения добавки нитрила смесь перемешивают еще 15 мин при 60°C, получая промежуточный гидролизат. Затем к реакционной смеси, содержащей 40 %-ной по весу серной кислоты на основе отсутствия нитрила, добавляют воду (77,2 кг) и полученную смесь нагревают с 60 до 89°C в течение 30 мин. Затем смесь выдерживают еще 88 мин при 89°C, получая конечный гидролизат, содержащий НМВА.

По завершении гидролиза содержимое реактора обрабатывают под вакуумом, упаривая 21 фунтов (9,5 кг) воды и летучих.

После отгонки летучих гидролизат в количестве 204 г/мин вводят в экстракционную колонну с ситчатыми тарелками диаметром 2,54 см, на месте 61 см ниже верха набора тарелок 244 см. В верх колонны подают воду (23,5 г/мин) и МВК (112 г/мин) подают в низ. МВК составлял непрерывную фазу в экстракционной зоне.

Экстракционная колонна работает при температуре примерно 60°C. Экстракт от верхней части колонны проходит через предварительный нагреватель, где он нагревается до 115°C при атмосферном давлении. При подобных условиях значительное количество МВК упаривается. Оставшуюся жидкую органическую фазу подают в верх перегонной колонны диаметром 7,6 см и высотой 229 см с выступающей на 0,64 см металлической насадкой Каннона.

В нижнюю часть колонны подают пар в количестве 19 г/мин. Давление на верху колонны атмосферное и температура на низу колонны составляет 116°C. Продукт из низа колонны анализируют, он содержит 88,9 % НМВА, 0,56 % сульфатных ионов и воду. Цвет продукта по шкале Гарднера составляет 4.

Пример 9. Гидролизат НМВА получают по способу примера 8. Гидролизат экстрагируют, подавая его в количестве 201 г/мин в экстракционную колонну диаметром 2,54 см с ситчатыми тарелками, на месте 61 см ниже верха набора тарелок 244 см. В верх колонны подают воду в количестве 22,5 г/мин и МВК вводят в низ колонны в количестве 111 г/мин. Фаза растворителя представляла собой непрерывную фазу в экстракционной зоне. Колонна работала при температуре около 60°C.

Экстракт верха экстракционной колонны подают в теплообменник, где он нагревается до 71°C при 147 мм рт.ст. Значительное количество МВК упаривается при этих условиях и остаточную жидкую фазу подают в верхнюю часть перегонной колонны типа, описанного в примере 8. В низ колонны подают пар в количестве 28,5 г/мин.

Давление вверху колонны составляет 147 мм рт.ст.

В нижней части получают продукт, который согласно анализу содержит 89,0 вес. % НМВА, 0,54 вес. % сульфатных ионов и воду.

Пример 10. НМВН. (ок. 200 г), полученный по способу, описанному в примере 1, медленно добавляют к 50 %-ному по массе раствору серной кислоты (299 г), при 65°C. Полученную смесь подвергают реакции в течение периода, достаточного для превращения общего количества НМВН в 2-окси-4-(метилтио)бутирамид. Промежуточный гидролизат быстро нагревают до температуры примерно 120°C и подвергают реакции в течение периода, достаточного для превращения общего количества промежуточного амида в НМВА. Полученный продукт НМВА затем выделяют из конечного гидролизата согласно способу, описанному в примере 5.

Пример 11. НМВН (ок. 200 г), полученный по способу, описанному в примере 1 описания, медленно добавляют к 70 %-ному по массе раствору серной кислоты (214 г) при 25°C. Полученную смесь подвергают реакции в течение периода, достаточного для превращения общего количества НМВН в 2-окси-4-(метилтио) бутирамид. Промежуточный гидролизат разбавляют до концентрации серной кислоты 30 % по массе (на основе отсутствия нитрила) путем добавления воды, затем быстро нагревают до температуры примерно 120°C и подвергают реакции в течение периода, достаточного для превращения общего количества промежуточного амида в НМВА. Полученный продукт НМВА затем выделяют из конечного гидролизата согласно способу, описанному в примере 5.

Анализ композиции НМВА, полученной согласно известному способу, осуществлялся таким же образом, как и анализ композиции, полученной согласно предлагаемому способу. Известную композицию разбавили водой до получения водного раствора, содержащего 89 вес. % 2-окси-4-(метилтио)- масляной кислоты, что определялось стандартным титрованием Br/BrO₃. Кинематическая вязкость определялась при 25°C, а цвет оценивался по индексу цвета Гарднера (диапазон значений от 1 до 18). Соотношение мономера с олигомерами НМВА определялось газовой хроматографией. Относительная стабильность определялась температурой, при которой началось выделение газа, когда образец подвергли калориметрии с возрастающим ускорением. Результаты вышеописанного анализа приведены в табл. 7. Сравнение запаха двух образцов в качественном отношении осуществлялось таким образом, что равновесный пар

ввели в контакт с органами обоняния. Не было установлено существенного отличия в запахе.

Таблица 7

Образец согласно способу	Вязкость (сантистокс при 25°C)	Соотношение мономер/олигомеры/	Цвет (индекс Гарднера)	Выделение газа эндотерм., тем., °C
Известный	109	3,38	18+	165
Предлагаемый	<90	>2,8	<10	>150

Таким образом, приведенные результаты испытаний показывают преимущества композиции, полученной согласно изобретению, по сравнению с композицией известного способа. В то время как данные не подтверждают существенного улучшения запаха, известная композиция уступила предлагаемой в вязкости и значении цвета. Эти два свойства имеют наибольшее значение, а улучшение этих свойств, наряду с повышением соотношений мономера с олигомерами, приводит к улучшенной композиции.

Формула изобретения

Способ получения 2-окси-4-(метилтио)-масляной кислоты гидролизом 2-окси-4-(метилтио)-бутиронитрила водным раствором серной кислоты с использованием нагревания с последующей экстракцией несмешивающимся с водой органическим растворителем и реэкстракцией целевого продукта, отличающийся тем, что, с целью повышения качества целевого продукта, гидролиз 2-окси-4-(метилтио)-бутиронитрила сначала проводят 50-70 %-ной серной кислотой при 25-65°C с последующей обработкой полученного при этом 2-окси-4-(метилтио)-бутирамида 30-50 %-ной серной кислотой при 89-120°C, а ре-экстракцию проводят в присутствии воды в количестве 5-12,2 мас. % в пересчете на экстракт.

Ответственный за выпуск

Ногай С.А.

Кыргызпатент, 720021, г. Бишкек, ул. Московская, 62, тел.: (312) 68 08 19, 68 16 41, факс: (312) 68 17 03