



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

227856

(H)

(B)

/22/ Přihlášeno 10 09 81
/21/ /PV 6674-81/

(51) Int. Cl.³

C 07 D 209/48

(40) Zveřejněno 15 09 83

(45) Vydáno 15 04 86

(75)

Autor vynálezu

ŽABENSKÝ JAROSLAV ing., HOLÉCI IVAN ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy ftalimidu

1

Vynález se týká způsobu přípravy ftalimidu [1-H-isoindol-1,3/2H/dion] reakcí ftalanhydridu s močovinou.

Ftalimid je základní meziprodukt, který se používá pro výrobu pesticidů, gumárenských chemikálií, ftalocyaninových pigmentů, barviv, farmaceutických chemikálií a jiných látek.

Vyrábí se reakcí ftalanhydridu nebo kyseliny ftalové s amoniakem /čs. patent 115 302; DOS 2 334 915; DOS 2 334 379/, reakcí ftalanhydridu s amoniakem v prostředí trichlorbenzenu, reakcí ftalanhydridu s močovinou v prostředí organických rozpouštědel, například xylenu, chlorbenzenu /rumunský patent 54 467/, v prostředí aromatických rozpouštědel C₆₋₂₅ /americký patent 3 819 648/, v prostředí aromatických rozpouštědel, které se nemísí s vodou /izraelský patent 38 852/, reakcí ftalanhydridu s formamidem /britský patent 1 848 243/ a amoxidací o-xyleny /A.O. SSSR 691 447/.

Byla také popsána příprava ftalimidu reakcí ftalanhydridu s močovinou v nepřítomnosti organických rozpouštědel /izraelský patent 45 451/. Reakce probíhá při 200 °C, potom se reakční teplota zvýší na 230 °C, a po ztuhnutí se získá produkt s obsahem 93 % ftalimidu. Ftalimid se připraví také reakcí ftalanhydridu s močovinou v molárním poměru 2:1 v diskontinuálním reaktoru, ve kterém se zahřejí reakční komponenty na 130 až 150 °C. Když vzniklá kapalina ztuhne, vyprázdní se tuhý reakční produkt - ftalimid z reaktoru tím, že se otevře víko a reaktor se překlopí /rakouský patent 28 6271/.

Použití rozpouštědel při reakci ftalanhydridu s močovinou umožňuje pracovat při nižších teplotách než při reakci ftalanhydridu s amoniakem, zjednodušuje zpracování reakčních plynů, ovšem rozpouštědla se stávají potenciálním zdrojem požárů a výbuchů.

Příprava ftalimidu v prostředí organických rozpouštědel je vhodná pro procesy, ve kterých se zpracovává přímo reakční roztok, jako například při výrobě ftalocyaninových modří rozpouštědlovým způsobem a podobně.

Příprava ftalimidu reakcí ftalanhydridu s močovinou v nepřítomnosti rozpouštědel má také své nevýhody. V jednom případě je nutno zpracovávat roztavený ftalimid /izraelský patent 45 451/, ve druhém případě je nutno použít pro diskontinuální výrobu speciální reaktor, ve kterém se získá ftalimid v kusovém stavu.

Nevýhody známých postupů přípravy ftalimidu odstraňuje postup podle vynálezu, jehož podstatu spočívá v tom, že se ftalanhydrid a močovina v molárním poměru 2:0,5 až 2,2 za míchání vyhřeje na teplotu 130 až 180 °C, přičemž teplota vystoupí exotermickou reakcí na 180 až 235 °C, při níž se udržuje nejméně 3 minuty, popřípadě se ftalanhydrid a močovina nebo jejich směs ve stejném molárním poměru přidává do míchaného tuhého ftalimidu při teplotě 140 až 230 °C při prodlevě nejméně 10 minut.

Přípravu ftalimidu podle vynálezu lze provádět diskontinuálně nebo kontinuálně na libovolných zařízeních pro provádění reakcí s touhou korpuskulární látkou, například ve vyhřívaných dvoušnekových dopravnících, granulátorech, zařízeních na krystalizaci tavenin, fluidních zařízeních s inertní a bez inertní vrstvy a podobně. Výhodou postupu podle vynálezu je vznik krystalického produktu o vysokém obsahu ftalimidu /95 až 99,5 % hmot./ při krátké reakční době.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

P ř í k l a d 1

Do 148 g /1 g mol/ roztaveného ftalanhydridu se přidá za míchání při teplotě 135 °C 37,03 g /0,7 g mol/ močoviny a reakční směs se zahřeje na teplotu 170 °C. Potom se zahřívání odstaví a reakční teplota za míchání a intenzivního varu a uvolňování vody a kyslíčnicku uhličitého s malým množstvím ftalanhydridu a ftalimidu rychle stoupá až na teplotu 215 °C, přičemž současně dochází ke vzniku tuhého krystalického ftalimidu. Celková reakční doba je 10 minut. Získá se 141,2 g /96 % teorie/ produktu s obsahem 97,8 % hmot. ftalimidu a 1,44 % hmot. ftalanu amonného.

P ř í k l a d 2

K 225 g ftalimidu připraveného podle příkladu 1 zahřátému na teplotu 190 °C se přidá za míchání směs získaná smícháním a mletím 29,6 g /0,2 g mol/ ftalanhydridu a 7,2 g /0,12 g mol/ močoviny a za míchání se teplota zvýší na 215 °C, při které se udržuje po dobu 3 minut. Potom se stejný postup přidávání směsi ftalanhydridu s močovinou ještě třikrát opakuje. Získá se přírůstek 115 g produktu s obsahem 96,38 % hmot. ftalimidu a 0,88 % hmot. ftalanu amonného.

P ř í k l a d 3

Směs připravená smícháním technického šupinkového ftalanhydridu s močovinou s molárním poměrem 1:0,5 se přidává do dvoušnekového dopravníku o délce 3 m, který je mimo násypku v délce 1,3 m vyhříván dowtermem na teplotu 180 °C. Průměr šneku je 57 mm, průměr hřídele 45 mm, stoupání šneku 30 mm. Rychlost přidávání směsi ftalanhydrid-močovina do dvoušnekového dopravníku byla 100 kg/h. Na výstupu z dvoušnekového dopravníku vychází práškovitý produkt s obsahem 97,6 % ftalimidu a 1,2 % ftalanu amonného. Přidávání ftalanhydridu a močoviny do dvoušnekového dopravníku bez předchozího smíchání nemělo vliv na průběh přípravy ftalimidu a jeho kvalitu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy ftalimidu reakcí ftalanhydridu s močovinou, vyznačující se tím, že se ftalanhydrid a močovina v molárním poměru 2:0,5 až 2,2 za míchání vyhřeje na teplotu 130 až 180 °C, potom se zahřívání přeruší a teplota se při exotermické reakci za míchání nechá vystoupit na 180 až 235 °C, při které se udržuje po dobu nejméně 3 minuty, popřípadě se ftalanhydrid a močovina nebo jejich směs ve stejném molárním poměru přidává do míchaného tuhého ftalimidu při teplotě 140 až 230 °C při prodlevě nejméně 10 minut.