

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

239397

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 209/48

(22) Prihlášené 27 08 84
(21) (PV 6430-84)

(40) Zverejnené 15 05 85

(45) Vydané 15 06 87

(75)

Autor vynálezu

POÓR RÓBERT ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby ftalimidu draselného

1

2

Predmetom vynálezu je spôsob výroby ftalimidu draselného reakciou suspendovaného ftalimidu v horúcom polárnom rozpúšťadle pri teplote 60 °C a hydroxidu draselného, ktorý je rozpustený v polárnom rozpúšťadle pri teplote 50 až 60 °C a zmes sa refluxuje, ochladí a ftalimid draselný sa izoluje od rozpúšťadla.

Jednou zo základných surovín pri rôznych organických syntézach je ftalimid draselný. Napríklad sa používa ako medziprodukt pri výrobe N-substituovaných tioftalimidov, ktoré sa využívajú ako retardéri na vulkanizácie.

Ftalimid draselný sa pripravuje pôsobením hydroxidu draselného na ftalimid alebo podľa Gabrielovej reakcie. Gabrielovu reakciu možno použiť aj pri príprave 1,4-diaminobutánu, kde sa ftalimid draselný získava ako medziprodukt.

Ftalimid draselný je možno získať aj ako medziprodukt pri výrobe prokaínamidhydrochloridu, alebo ako kondenzačný produkt primárneho amínu s anhydridom kyseliny ftalovej.

Okrem už spomínaných spôsobov prípravy uvádza Landsberg prípravu sódnej a draselnej soli ftalimidu pôsobením etanolátu sódného alebo draselného na ftalimid. Podľa Hammicka dobré výťažky ftalimidu sódného a draselného sa dosiahli za použitia amyloxydu sódného alebo draselného v amylohole.

Uvedené metódy prípravy nedávajú uspokojivé výťažky. Použitie etanolických roztokov hydroxidov uvedených kovov vedie v každom prípade k používaniu veľkých objemov rozpúšťadiel, čo je značne energeticky náročné pri ich regenerácii.

Teraz bolo zistené, že uvedené nevýhody možno odstrániť podľa predloženého vynálezu, ktorého podstata je v tom, že sa do suspenzie ftalimidu v polárnom rozpúšťadle pri 60 °C pridá ekvivalentné množstvo hydroxidu draselného vo forme roztoku v polárnom rozpúšťadle pri teplote 50—60 °C a za miešania sa zmes udržiava za refluxu počas 5 až 120 minút a po ochladení sa ftalimid draselný izoluje filtráciou.

Spôsob výroby ftalimidu draselného reakciou ftalimidu a hydroxidu draselného vyznačený tým, že sa do suspenzie ftalimidu v polárnom rozpúšťadle pri teplote 60 stupňov Celsia za miešania pridá ekvivalentné množstvo hydroxidu draselného vo

Použitie rozpúšťadla sa regeneruje destiláciou.

Predmet vynálezu dokumentujú nasledujúce príklady prevedenia.

Príklad 1

Do 100 ml izobutanolu sa naďavkovalo 8 g ftalimidu, ktorý sa za miešania pri teplote 60 °C z časti rozpustil a z časti tvoril suspenziu v rozpúšťadle. Do takto pripravenej suspenzie sa pridalo 100 ml izobutanolu obsahujúceho 8,94 % hmot. KOH pri teplote 60 °C a zmes sa refluxovala 30 minút. Po ochladení sa získalo 8,8 g ftalimidu draselného, čo predstavuje 87,5 % výťažnosť. Analýzou ftalimidu draselného sa zistil obsah draslíka 20,1 a dusíka 7,18 %.

Príklad 2

8,95 %-ná suspenzia ftalimidu v izobutanole pri teplote 60 °C sa zmiešala s alkoholickým roztokom KOH v izobutanole obsahujúci 9 % KOH pri teplote 55 °C. Po refluxovaní 10 minút sa zmes ochladila, izoloval sa ftalimid draselný, pričom jeho výťažok bol 90,2 %-ný.

Príklad 3

Pre rozpustenie ftalimidu a KOH sa použil filtrát z pokusu 1 a 2 získaný po izolácii ftalimidu draselného. Ostatné podmienky pokusu boli zhodné ako v príklade 1. Po odfiltrovaní ftalimidu draselného sa zrazenina premyla čistým alkoholom a vysušila sa. Výťažok pokusu bol 97 %-ný. Filtrát bol opakovane použitý 4krát, pričom výťažky ftalimidu draselného boli nasledovné: 97,0 %, 100 %, 98,5 %, 97 %.

PREDMET VYNÁLEZU

forme horúceho roztoku v polárnom rozpúšťadle pri teplote 50—60 °C, zmes sa refluxuje 5 až 120 minút a po ochladení sa ftalimid draselný izoluje od rozpúšťadla, ktoré sa recykluje späť do výroby ftalimidu draselného.