



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

219816
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 209/48

(22) Přihlášeno 02 04 81
(21) (PV 2476-81)

(40) Zveřejněno 27 08 82

(45) Vydáno 15 10 85

(75)
Autor vynálezu

NOVÁČEK ALOIS doc. ing. DrSc., SEDLÁČKOVÁ VENUŠE ing., KRÁL
ZDENĚK, ÚSTÍ nad Labem, MAYER JIŘÍ ing., OLMOUC

(54) Způsob výroby ftalimidu

1

2

Vynález se týká způsobu výroby ftalimidu, důležitého meziprojektu různých odvětví chemického průmyslu, a to reakcí kyseliny ftalové nebo její směsi s ftalanhydridem v libovolném hmotnostním poměru, při teplotě 115 až 120 °C, s formamidem, ve hmotnostním poměru 1,0 : 1,8 až 1,0 : 4,0.

Vynález se týká způsobu výroby ftalimidu, důležitého meziprojektu v průmyslu barvářském, farmaceutickém, umělých hmot apod. Nejdůležitější postupy vycházejí obvykle z ftalanhydridu, který poskytuje uveďný produkt reakcí s amoniakem při teplotách 200 až 300 °C (NSR pat. spis č. 2 056 891). Nevýhody uvedených postupů spočívají v tom, že za tak vysokých teplot je nutno pracovat v autoklávech. Za těchto reakčních podmínek je zhoršena bezpečnost práce v provozu a zvyšuje se i koroze celého zařízení.

Jiný postup, vhodnější pro menší kapacitu výroby, zahrnuje reakci ftalanhydridu s močovinou v prostředí kyseliny octové nebo vhodného aromatického uhlovodíku (USA pat. spis č. 3 819 648). Jeho nevýhody jsou spíše ekonomické, poněvadž potřebuje více surovin. Rovněž práce s kyselinou octovou vyžaduje zvýšená bezpečnostní opatření a nároky na výrobní zařízení. Všechny tyto okolnosti brání zvyšování kapacity výroby.

Podle dalšího postupu se připravuje ftalimid reakcí kyseliny ftalové nebo jejího anhydridu s uhlíčitánem amonným (SSSR pat. spis č. 481 607). Tento způsob je technicky i ekonomicky nevýhodný tím, že obě výchozí suroviny jsou pevné a že je nutné pracovat v tavenině v uzavřených nádobách, nebo s použitím vhodných rozpouštědel.

Výhodnější je další postup, jímž lze obecně připravovat N-substituované ftalimidy reakcí ftalanhydridu s amidy karboxylových kyselin nebo sulfokyselin (britský pat. spis č. 1 484 243). Při ověřování tohoto postupu však bylo zjištěno, že při reakci formamidu s ftalanhydridem při udávané teplotě 110 °C a daném molárním poměru začíná reakční směs již po 1 hodině krystalovat a je nemíchatelná, takže další 3 hodiny probíhá reakce v tavenině. To samozřejmě činí potíže při práci ve větších reaktorech.

S překvapením bylo zjištěno, že tyto nedostatky lze odstranit při změně hmotnostního poměru formamidu a ftalanhydridu a při změně reakční teploty, za současného reakční doby. Jak bylo dále zjištěno, je možno za nově nalezených podmínek používat pro výrobu ftalimidu i technický ftalanhydrid, který obsahuje kyselinu ftalovou či dokonce samotnou kyselinu ftalovou, a to po úpravě přebytku formamidu.

Na základě nových poznatků byl vypracován způsob výroby ftalimidu podle

vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se nechá reagovat kyselina ftalová nebo její směs s ftalanhydridem v libovolném hmotnostním poměru, s formamidem, ve hmotnostním poměru 1,0 : 1,8 až 1,0 : 4,0, při teplotě od 110 °C až k teplotě varu reakční směsi, s výhodou při teplotě 115 až 120 °C.

Za uvedených podmínek zůstává reakční směs homogenní v průběhu celé reakce, která se vlivem zvýšení teploty zkrátí ze 4 hodin na 3 hodiny. Kromě uvedeného má způsob podle vynálezu další nesporné výhody v tom, že lze zpracovávat nejen surový ftalanhydrid s proměnlivým obsahem kyseliny ftalové, ale i samotnou kyselinu ftalovou, která odpadá jako vedlejší produkt při různých chemických výrobcích. Rovněž je výhodné, že při vhodně zvolených hmotnostních poměrech reakčních složek a uvedené teplotě formamid rozpouští dobře reakční komponenty a reakční směs je v průběhu celého procesu homogenní a dobře míchatelná. Výtěžky a kvalita produktu jsou stejně dobré jako při použití čistého ftalanhydridu.

Bližší podrobnosti způsobu podle vynálezu jsou patrné z příkladů provedení, které tento způsob pouze ilustrují, ale nijak neomezuji.

Příklad 1

Do 113,9 g formamidu (2,53 mol) se za míchání přidá 29 g (0,174 mol) kyseliny ftalové a směs se vyhřeje na 120 °C. Po 3 hodinách se směs zředí 800 ml vody a míchá při teplotě místnosti ještě 3 hodiny. Vyloučený produkt se odsaje a vysuší při 100 °C. Získá se 24,39 g (96,1 % teorie) chromatograficky čistého ftalimidu s t. t. 234 až 236 stupňů Celsia.

Příklad 2

Do 1139 g (25,3 mol) formamidu se za míchání přidá 675,18 g technického ftalanhydridu, obsahujícího 20 % hmotnostních kyseliny ftalové a směs se vyhřeje na 118 až 120 °C. Po 3 hodinách reakce se roztok zředí 6000 ml vody a míchá ještě 3 hodiny. Vyloučený produkt se odsaje a vysuší při 100 °C. Získá se 645 g ftalimidu (98,39 % teorie), velmi dobré kvality, s t. t. 234 až 236 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby ftalimidu vyznačující se tím, že se nechá reagovat kyselina ftalová nebo její směs s ftalanhydridem v libovolném hmotnostním poměru, s formamidem,

ve hmotnostním poměru 1,0 : 1,8 až 1,0 : 4,0, při teplotě od 110 °C až k teplotě varu reakční směsi, s výhodou při teplotě 115 až 120 °C.