

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



URAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(22) Prihlásené 27 08 84
(21) (PV 6435-84)

(40) Zverejnené 15 05 85

(45) Vydané 15 06 87

239399
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 209/48

(75)

Autor vynálezu

POÓR RÓBERT ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby ftalimidu draselného

1

Predmetom vynálezu je spôsob výroby ftalimidu draselného reakciou rozpusteného ftalimidu v polárnom rozpúšťadle pri teplote varu rozpúšťadla a do tohto nasýteného roztoku pri teplote varu rozpúšťadla sa pridá hydroxid draselný, alebo jeho nasýtený roztok pri teplote varu rozpúšťadla, ďalej sa pridá benzén, zmes sa refluxuje 1 až 2 hodiny za azeotropického odstraňovania reakčnej vody spolu s benzénom. Ďalej sa po ochladení ftalimid draselný izoluje od rozpúšťadla, ktoré sa recykluje späť do procesu výroby.

2

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 retarderi 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 získa 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 sodnej a draselnej soli ftalimidu pôsobením etanolátu sodného alebo draselného na ftalimid. Podľa Hammicka dobré výťažky ftalimidu sodného a draselného sa dosiahli za použitia amyloxidu sodného alebo draselného v amyalkohole.

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

Teraz bolo zistené, že uvedené nevýhody možno odstrániť podľa predloženého vynálezu, ktorého podstatou je, že sa ftalimid rozpustí do formy nasýteného roztoku v polárnom rozpúšťadle pri teplote varu rozpúšťadla. Do takto pripraveného vyhriateho nasýteného roztoku sa pridá roztok KOH v polárnom rozpúšťadle pri teplote varu rozpúšťadla alebo priamo KOH. Molový pomer medzi ftalimidom a KOH je 1 ku 1 až

1,2. Po zmiešaní sa do uvedenej zmesi pridá benzén. Zmes sa refluxuje 1 až 2 hodiny, pričom dochádza k azeotropickému oddestilovaniu reakčnej vody. Po ochladení sa ftalimid draselný izoluje od rozpúšťadla, ktoré sa recykluje späť do procesu výroby ftalimidu draselného. Polárne rozpúšťadlo môže byť napríklad etanol, izopropanol, n-propanol, izobutanol, cyklohexanol, cyklohexanon, n-izobutanol, amylalkohol.

Predmet vynálezu dokumentujú nasledujúce príklady prevedenia.

Príklad 1

17,7 g ftalimidu sa rozpustilo v 225 ml etanolu pri teplote 50 °C. Ďalej sa pripravil etanolický roztok KOH rozpustením 6,8 gramov KOH v 64 ml etanolu pri teplote 50 °C. Horúce roztoky sa ziali spolu a pridalo sa 15 ml benzénu. Reakčná zmes sa refluxovala v trojhrdlej banke opatrenej teplomerom a sektifikačnou kolonou, naplnenou Raschigovými sedielkami. Na hlave sektifikačnej kolony sa odoberala binárna zmes voda — benzén, vodná vrstva sa odpúšťala. Po odstránení vody sa tuhá fáza izolovala, premyla alkoholom a vysušila. Získalo sa 17,65 g ftalimidu draselného, čo predstavuje 95,5 % výťažok. Analyzovaný ftalimid draselný obsahoval 19,4 % draslíka a 7,06 dusíka.

Príklad 2

V pokuse sa postupovalo zhodne ako v príklade 1, len ako rozpúšťadlo pre ftalimid: KOH bol použitý filtrát po izolácii ftalimidu draselného z pokusu 1. Zhodným postupom sa získalo 17,9 g ftalimidu draselného, čo predstavuje 96,3 % výťažok.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby ftalimidu draselného reakciou ftalimidu a hydroxidu draselného vyznačený tým, že sa ftalimid rozpustí v polárnom rozpúšťadle na nasýtený roztok pri teplote varu rozpúšťadla, pridá sa ekvivalentné množstvo KOH alebo rozpustený KOH v polárnom rozpúšťadle pri teplote

varu rozpúšťadla a po zmiešaní sa pridá do zmesi benzén, zmes sa refluxuje 1 až 2 hodiny, pričom sa azeotropicky odstraňuje reakčná voda spolu s benzénom z reakčnej zmesi, po ochladení sa ftalimid draselný izoluje od rozpúšťadla, ktoré sa recykluje späť do procesu výroby.