



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

233475

(11) (B1)

(22) Prihlášené 22 12 82
(21) (PV 9516-82)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 209/48

(40) Zverejnené 13 08 84

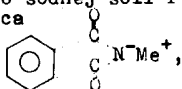
(45) Vydané 15 09 86

(75)
Autor vynálezu

KLÚČOVSKÝ PAVOL ing. CSc., JEŽEK MARIÁN ing., Kardoš EMIL RNDr.,
FRATRIČ JÁN ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby draselnej alebo sodnej soli ftalimidu

Vynález rieši spôsob výroby draselnej
alebo sodnej soli ftalimidu, chemického
vzorca

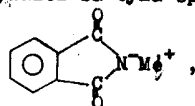


kde $Me^+ = K^+, Na^+$

priamou reakciou voľného alebo v organickom
rozpúšťadle suspendovaného ftalimidu s dra-
selnou alebo sodnou soľou alkoholu C₁ až
C₄, získanou rozkladom draselnej alebo
sodnej amalgámy v prebytku alkoholu.

Využitie draselnej alebo sodnej soli
ftalimidu ako medziproduktu pre ďalšie
spracovanie je vo farmaceutickom priemysle,
pri výrobe organických farieb a pri výrobe
gumárenských a plastikárskych chemikálií,
napr. pri výrobe N-cyklohexyltioftalimidu.

Vynález sa týka spôsobu výroby draselnej alebo sodnej soli ftalimidu chemického vzorca



kde $Me^+ = K^+, Na^+$

získaného priamou reakciou ftalimidu a draselnej alebo sodnej soli alkoholu pripravenej rozkladom draselnej alebo sodnej amalgámy za prítomnosti príslušného bezvodého alkoholu.

Draselná alebo sodná soľ ftalimidu je dôležitá surovina pri výrobe N-substituovaných ftalimidov využívaných v oblasti spracovania kaučukových zmesí, vo farmaceutickom priemysle a pri výrobe organických farieb a pigmentov.

Zo známych spôsobov prípravy draselnej alebo sodnej soli ftalimidu možno uviesť spôsoby, v ktorých dochádza k priamej reakcii voľného, resp. roztoku ftalimidu s alkoholátmi sodíka alebo draslíka. Uvedené alkoholáty sú pripravené rozpustením hydroxidu draselného alebo sodného v príslušnom alkohole.

Iný spôsob prípravy ftalimidu draselného vychádza z priamej dehydratácie amónnej soli kyseliny ftalovej.

Literatúra popisuje prípravu ftalimidu draselného ako medziproduktu pri príprave prokaínamidhydrochloridu alebo pri príprave 1,4-diaminobutánu. Uvedenými metódami prípravy sodnej alebo draselnej soli ftalimidu sa nedajú pripraviť produkty s vyhovujúcimi kvalitatívnymi parametrami soli, resp. majú význam pre laboratórnu prípravu. Z iných známych spôsobov prípravy draselnej alebo sodnej soli možno uviesť spôsob podľa AO 200 126 /III/1980/ alebo spôsob prípravy ftalimidu draselného priamou reakciou suchého ftalimidu s bezvodým butanolátom draselným.

Nevýhodou uvedených spôsobov prípravy draselnej alebo sodnej soli ftalimidu je, že poskytujú nižšie výťažky v dôsledku prítomnosti i nepatrného množstva vody v roztokoch alkoholátov, ktorá spôsobuje hydrolýzu draselnej alebo sodnej soli ftalimidu, pričom vznikajú deriváty kyseliny ftalovej. Inou nevýhodou sú technologické problémy súvisiace s prípravou bezvodých alkoholátov.

Podstatou spôsobu výroby draselnej alebo sodnej soli ftalimidu priamou reakciou draselnej alebo sodnej soli alkoholu s ftalimidom je, že draselná alebo sodná soľ alkoholu v alkohole o koncentrácii 1 až 25 % hmot. sa získa rozkladom draselnej alebo sodnej amalgámy v prebytku alkoholu s 1 až 4 atómami uhlíka. Takto získaný roztok draselnej alebo sodnej soli alkoholu sa priamo použije na reakciu s voľným, alebo v organickom rozpúšťadle suspendovaným ftalimidom tak, aby molárny pomer draselnej alebo sodnej soli alkoholu k predloženému ftalimidu bol 1 až 1,5 ku 1 a koncentrácia suspendovaného ftalimidu v organickom rozpúšťadle, s výhodou v alkohole identickom s alkoholom použitým na prípravu draselnej alebo sodnej soli alkoholu v alkohole, 5 až 25 % hmot. Draselná alebo sodná soľ alkoholu v alkohole reaguje s ftalimidom pri 0 °C až teplota bodu varu zmesi, pričom reakčný čas je 5 až 180 minút. Reakciou získaná draselná alebo sodná soľ ftalimidu sa z reakčnej zmesi oddelí filtráciou.

Spôsob výroby draselnej alebo sodnej soli ftalimidu podľa predmetu vynálezu má oproti dosiaľ známym postupom prípravy draselnej alebo sodnej soli mnohé výhody. Na prípravu draselnej alebo sodnej soli alkoholu nie je potrebné použiť hydroxid draselný, resp. sodný, ale využije sa priamo surovina, ktorá sa používa k výrobe hydroxidov. Tým uvedený spôsob odstraňuje manipuláciu s hydroxidmi a pri príprave príslušného alkoholátu odstraňuje časovo i energeticky náročný spôsob dehydratácie roztokov alkoholátov. Inou výhodou v uvedenom postupe je fakt, že pre prípravu alkoholátov možno použiť akýkoľvek alkohol, s výhodou použitia alifatických C_1 až C_4 alkoholov. Produkt - draselná alebo sodná soľ ftalimidu - získaný týmto spôsobom je vysokej čistoty s obsahom základnej látky min.

98 % /hm./ a uvedený spôsob možno technologicky realizovať bez zvláštnych požiadaviek na špeciálne technické a technologické zariadenia. Prípravu draselnej alebo sodnej soli alkoholu možno uvedeným spôsobom realizovať v existujúcich zariadeniach pre elektrolýzu halogenidov draslíka alebo sodíka.

Vynález ilustrujú nasledujúce príklady.

P r í k l a d 1

Roztok metanolátu sodného v metanole o koncentrácii metanolátu 6,5 % hmot., získaného rozkladom sodnej amalgámy, sa pridal do miešanej suspenzie ftalimidu v metanole pri 55 až 60 °C a po pridaní za intenzívneho miešania sa reakčná zmes nechala doreagovať pri teplote 55 °C po dobu 50 min. Ftalimid sodný sa vylučoval z reakčnej zmesi už pri pridávaní roztoku metanolátu sodného do suspenzie ftalimidu v metanole. Po ochladení reakčnej zmesi na laboratórnu teplotu sa ftalimid sodný oddelil filtráciou, na filtri premyl čistým metanolom a vysušil. Získaný produkt obsahoval 98,2 % hmot. ftalimidu sodného.

P r í k l a d 2

Roztok butanolátu draselného v butanole o koncentrácii butanolátu 12,2 % hmot. získaného rozkladom draselnej amalgámy v prítomnosti bezvodého n-butanolu, sa pridal za miešania do roztoku ftalimidu v n-butanole o koncentrácii 10 % hmot. ftalimidu pri teplote tefluxu n-butanolu. Už počas pridávania sa z reakčnej zmesi vylučovala draselná soľ ftalimidu. Po pridaní celého množstva roztoku butanolátu draselného v n-butanole do roztoku ftalimidu v n-butanole sa reakčná zmes za intenzívneho miešania udržiavala pri teplote refluxu cca 40 min. Potom sa schladila na teplotu 20 až 25 °C a vylúčená draselná soľ ftalimidu sa oddelila filtráciou. Na filtri sa premyla čistým n-butanolom a vysušila. Získal sa produkt s obsahom ftalimidu draselného 99,1 % hmot.

Oblasť využitia vynálezu je hlavne pri priemyselnej výrobe draselnej alebo sodnej soli ftalimidu ako medziproduktu pre ďalšie spracovanie vo farmaceutickom priemysle, pri výrobe organických farbív a pri výrobe gumárenských a plastikárskych chemikálií.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby draselnej alebo sodnej soli ftalimidu priamou reakciou draselnej alebo sodnej soli alkoholu v alkohole s ftalimidom vyznačený tým, že draselná alebo sodná soľ alkoholu v alkohole o koncentrácii 1 až 20 % hmot. pripravená rozkladom draselnej alebo sodnej amalgámy v prebytku alkoholu s 1 až 4 atómami uhlíka, s výhodou v metanole sa priamo použije na reakciu s voľným alebo v organickom rozpúšťadle suspendovaným ftalimidom o koncentrácii 5 až 25 % hmot. pri teplote 0 °C až teplote bodu varu zmesi, pričom molárny pomer draselnej alebo sodnej soli alkoholu k ftalimidu je 1 až 1,5 ku 1.