

P Ž O V O D N Ě O Z N Ā M E N I A**PRÍSPEVOK K PRÍPRAVE FTALIMIDU**

IGOR ŠAUŠA

Slovakofarma, n. p., Hlohovec

Vo všeobecnosti používané a jednoduché metódy na prípravu ftalimidu, ako je destilácia zmesi ftalanhydridu a čpavku a nasledujúce tavenie [1], ako aj tavenie močoviny [2] alebo uhličitanu amónneho [1] s anhydridom ftalovým, majú spoločnú nevýhodu, a to ťažkosti spojené s tavením.

Uvedené ťažkosti sa ľahko obídu, ak sa ftalimid pripravuje reakciou močoviny s ftalanhydridom v ľadovej kyseline octovej. Čistý ftalimid sa získa v 90—92 % výťažku.

Predkladaná metóda je formálne modifikáciou osvedčenej Wanagovej prípravy N-substituovaných ftalimidov [3], podľa ktorej v ľadovej kyseline octovej reaguje ftalanhydrid s primárnymi amínmi. Je pravdepodobné, že močovina reaguje v prvom stupni s kyselinou octovou na acetamid, ktorý s ftalanhydridom poskytne ftalimid. O tom svedčí skutočnosť, že A. Piutti [4] pripravil ftalimid reakciou acetamidu s ftalanhydridom, a tiež ľahký vznik acetamidu z močoviny a kyseliny octovej [5]. Podľa toho používaná kyselina octová má nielen čistiaci efekt, známy už z metód čistenia ftalimidu [6], ale aj hlbšie zasahuje do reakčného mechanizmu než kyslý katalyzátor.

Kyselina octová poskytuje so vznikajúcim amoniakom octan amónny, takže sa destiláciou zregeneruje len 60 % použitej kyseliny.

Ftalimid pripravený predkladanou metódou bol veľmi čistý a bol identifikovaný bodom topenia a synteticky prípravou troch derivátov.

Vykonan sa pokus za účelom aplikovania metódy na prípravu sukcinimidu, avšak bezúspešne, pretože sa získala pestrá zmes, ktorá medziiným obsahovala aj niečo sukcinimidu.

Experimentálna časť**Ftalimid**

Dvojhrdlá guľatá 750 ml banka, opatrená mechanickým miešadlom a spätným chladičom, naplní sa 148 g ftalanhydridu, 61 g močoviny a 300 ml ľadovej kyseliny octovej. Zmes sa za miešania refluxuje 3 hodiny. Už po jednohodinovom varení sa začnú z reakčného prostredia, ktoré sa priebehom prvých 30 minút zhomogenizovalo, vylučovať biele dobre vyvinuté ihličky ftalimidu. Počas reakcie sa takto vylúči takmer celé množstvo ftalimidu. Po skončení refluxu sa zmes za miešania chladí asi 5 hodín ľadovou vodou. Potom sa kryštály ftalimidu odsajú na nučovom filtri a premyjú vodou až do zmiznutia

kyslej reakcie filtrátu. Ftalimid sa voľne vysuší na vzduchu. Získa sa 132—136 g, t. j. 90—92 % teoretického výťažku ftalimidu o b. t. 234—237 °C (korigované).

Poznámky

Spracovala sa vsádzka 30 kg technického ftalanhydridu s výťažkom 90 % čistého ftalimidu.

Pri vsádzkach do 1 kg sa nemusí používať miešanie; stačí refluxovať reakčnú zmes v jednohrdlej banke pod spätným chladičom.

Súhrn

Vypracovala sa nová nenáročná metóda na prípravu ftalimidu z ftalanhydridu pôsobením močoviny v prostredí ľadovej kyseliny octovej s priemernými výťažkami 90 % teórie. Metóda je vhodná pre laboratórnu prípravu, jej priemyselné použitie je obmedzené. Získaný ftalimid je čistejší než použité suroviny.

ЗАМЕТКА К ПОЛУЧЕНИЮ ФТАЛЬИМИДА

ИГОР ШАУША

Словакофарма, н. п., Глоговец

Был разработан новый простой метод получения фталъимида из фталъангидрида действием мочевины в среде ледяной уксусной кислоты со средним выходом 90 % по теории. Метод удобен для лабораторного получения, но его применение в промышленности ограничено. Полученный фталъимид чище примененного сырья.

Поступило в редакцию 23. 8. 1961 г.

BEITRAG ZUR HERSTELLUNG VON PHTHALIMID

IGOR ŠAUŠA

Slovakofarma, Nationalunternehmen, Hlohovec

Es wurde eine neue anspruchlose Methode für die Herstellung von Phthalimid aus Phthalsäureanhydrid durch Einwirkung von Harnstoff im eisessigsuren Medium mit durchschnittlichen Ausbeuten von 90 % der Theorie ausgearbeitet. Diese Methode ist für die laboratoriumsmässige Herstellung geeignet, ihre industrielle Anwendung ist jedoch nur eine beschränkte. Das erhaltene Phthalimid ist reiner als die verwendeten Ausgangsrohstoffe.

In die Redaktion eingelangt den 23. 8. 1961

LITERATÚRA

1. Noyes W. A., Porter P. K., *Organic Syntheses*, Coll. Vol. I, 446 (1932). — 2. Vogel A. I., *A Text-book of Practical Organic Chemistry*, London 1949; A. Piutti, *Gazz. chim. ital.* 12, 170; *Ann.* 214, 18—22 (1882). — 3. Wanag G., *Latvijās univ. Raksti, Chem.*

ser. 4, 405 (1939); Chem. Zbl. 110-II, 3815 (1939). — 4. A. Piutti, Gazz. chim. ital. 16, 251 (1886). — 5. Cherbuliez E., Landolf F., Helv. Chim. Acta 29, 1438 (1946). — 6. Wanad Polaczkow a kol., *Preparatyka Organiczna*, Warszawa 1954.

Do redakcie došlo 23. 8. 1961

Adresa autora:

Prom. chemik Igor Šauša, technológ, Slovakofarma, n. p., Hlohovec.