



РЕСПУБЛИКА КАЗАХСТАН

(19) **KZ** (13) **U** (11) **2670**  
(51) *C07C 67/38* (2006.01)

МИНИСТЕРСТВО ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

## ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К ПАТЕНТУ

(21) 2017/0688.2

(22) 02.06.2016

(45) 19.03.2018, бюл. №11

(72) Аппазов Нурбол Орынбасарулы; Нурматова Айжан Сагиндыковна; Садуакаскызы Кулбарам; Калиева Фарида Идрисовна

(73) Аппазов Нурбол Орынбасарулы; Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения "Кызылординский государственный университет им. Коркыт-Ата" Министерства образования и науки Республики Казахстан"

(56) RU 2481324, 10.05.2013

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ  
ИЗОПРОПИЛБЕНЗОАТА**

(57) Полезная модель «Способ получения изопропилбензоата» относится к области органического синтеза и может найти практическое применение в качестве компонента пищевых ароматических эссенций. Способ заключается во взаимодействии бензойной кислоты изопропиловым спиртом в молярных соотношениях 4-6:1 в условиях микроволнового облучения мощностью 100-900 Вт в присутствии серной кислоты (0,5-1,5% от общей массы реагирующих веществ) в течение 9-11 мин.

(19) **KZ** (13) **U** (11) **2670**

Полезная модель относится к области органического синтеза и может найти применение для получения изопропилбензоата.

Сложные эфиры карбоновых кислот являются бесцветными жидкостями, иногда и кристаллическими веществами с приятным запахом. Температура кипения сложных эфиров обычно ниже, чем температура кипения соответствующих кислот (иногда и спиртов). Это свидетельствует об уменьшении межмолекулярного взаимодействия, что объясняется отсутствием межмолекулярных водородных связей. Повышенную летучесть сложных эфиров используют в аналитических целях. Например, для масс-спектрометрического и газожидкостного хроматографического анализа низколетучие спирты и карбоновые кислоты переводят в более летучие сложные эфиры, [а] Нейланд О.Я. Органическая химия. Учеб. для хим. Спец. Вузов. Москва: 1990; б) Белобородов В.Л., Зурабян С.Э., Лузин А.П., Тюкавкина Н.А. Органическая химия. Москва: Дрофа, 2003].

Сложные эфиры бензойной кислоты содержатся во многих эфирных маслах, толуанском и перуанском бальзамах, бензойной смоле. Изопропилбензоат применяется для приготовления пищевых ароматических эссенций, как идентичный натуральному пищевой ароматизатор (зарегистрирован как вкусоароматическое химическое вещество для производства пищевых ароматизаторов) [а] Хейфиц Л.А., Дашунин В.М. Душистые вещества и другие продукты для парфюмерии. Москва: 1994.; б) Гигиенические требования по применению пищевых добавок. Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы СанПИН 2.3.2.1293-03 от 18.04.2003. Минздрав РФ].

Физико-химические свойства изопропилбензоата: молярная масса - 164,21; плотность - 1009,4 кг/см<sup>3</sup>; температура кипения - 219°C; в воде не растворяется [Корольченко А.Я., Корольченко Д.А. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов и средства их тушения. Справочник. Часть 1. Москва: 2004].

Известен способ получения сложных эфиров дикарбоновых кислот C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> и спиртов C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub> на основе отходов производства капролактама. Полученная смесь сложных эфиров обладает высокими пластифицирующими свойствами, температура вспышки >185°C, может использоваться в качестве пластификатора и разбавителя для ПВХ композиций, резинотехнических изделий. [Патент РФ №2373188. Способ получения сложных эфиров дикарбоновых кислот C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> и спиртов C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub> // Дата публ. 20.11.2009/ Леванова С.В., Соколов А.Б., Красных Е.Л., Глазко И. Л., Липп С.В.]. Недостатком данного способа относятся то, что исходным сырьем являются отходы производства капролактама, полученный продукт имеет темное окрашивание и ограниченное применение по цвету и запаху, не может быть применен в производстве строительных материалов, например линолеума.

Известен способ получения алкиловых эфиров бензойной кислоты. В данном изобретении приведен синтез, в котором бензол подвергают взаимодействию с CCl<sub>4</sub> и спиртом (метанол, этанол, н-пропанол, н-бутанол, н-пентанол) в присутствии металлического железа и ацетилацетона при молярном соотношении [Fe<sup>0</sup>(мет.)]:[ацетилацетон]:[бензол]:[CCl<sub>4</sub>]:[спирт]=10-20:1-10:20-400:20-400, при температуре 130-150°C в течение 4-8 ч в атмосфере аргона. Выход этилового эфира бензойной кислоты составляет 42%, н-пропилового 50%, н-бутилового 32%, н-пентилового 30% [Патент РФ №2481324. Способ получения алкиловых эфиров бензойной кислоты // Дата публ. 10.05.2013/ Джемилев У.М., Хуснутдинов Р.И., Байгузина А. Р., Якупова О.М.]. Недостатками данного способа являются применение дорогостоящего катализатора, инертной атмосферы, растворителя, высокой температуры, а также длительность процесса.

Задачей данной полезной модели является устранение вышеуказанных недостатков. Это достигается тем, что синтез изопропилбензоата осуществляется реакцией этерификации бензойной кислоты изопропиловым спиртом в присутствии серной кислоты при молярном соотношении исходных реагентов и катализатора [бензойная кислота]:[изопропиловый спирт]:[серная кислота]=5-6:1:0,008-0,03 в условиях микроволнового облучения мощностью 100-900 Вт и продолжительностью 9-11 мин.

Технологических решений, содержащих признаки, сходные с отличительными признаками заявляемого решения, нами не найдены.

Полезная модель иллюстрируется нижеследующими примерами:

Пример 1. Изопропилбензоат. В стеклянную емкость в молярных соотношениях 5:1 помещают бензойную кислоту и изопропиловый спирт, добавляют серную кислоту с расчетом 1% от общей массы реагирующих веществ. Реакционную смесь облучают сверхвысокочастотным облучением мощностью 100 Вт в течении 10 мин. Выход продукта определяют хроматографированием на газовом хромато-масс спектрометре Agilent 7890A/5975C. Условия хроматографирования: подвижная фаза (газ носитель) - гелий; температура испарителя 250°C, сброс потока (Split) 1000:1; температура термостата колонки, начало 40°C (1 мин), подъем температуры 5°C в минуту, конец 220°C, при этой температуре удерживается 1 мин, общее время анализа 32 мин; режим ионизации масс-детектора методом электронного удара. Капиллярная хроматографическая колонка HP-FFAP, длина колонки 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, неподвижная фаза - нитротерфталевая кислота, модифицированная полиэтиленгликолем. Время удержания изопропилбензоата составляет 12,54 мин.

Выход изопропилбензоата при данных условиях составляет 2,43%.

Пример 2. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 180 Вт и при

всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 4,91%.

Пример 3. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 300 Вт и при всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 11,30%.

Пример 4. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 450 Вт и при всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 29,50%.

Пример 5. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 600 Вт и при всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 42,57%.

Пример 6. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 900 Вт и при всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 33,91%.

Пример 7. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 600 Вт в течение 9 мин и при всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 21,84%.

Пример 8. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 600 Вт в течение 11 мин и при всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 31,29%.

Пример 9. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 600 Вт, в соотношении бензойная кислота:изопропиловый спирт 4:1 и при всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 29,72%.

Пример 10. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 600 Вт, соотношении бензойная кислота:изопропиловый 6:1 и при всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 33,66%.

Пример 11. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 600 Вт в присутствии 0,5% серной кислоты от общей массы

реагирующих веществ и при всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 16,33%.

Пример 12. Изопропилбензоат. При проведении реакции при мощности СВЧ облучения 600 Вт в присутствии 1,5% серной кислоты от общей массы реагирующих веществ и при всех условиях, аналогичных примеру 1, получают изопропилбензоат с выходом 20,18%.

Из сравнения примеров 1-12 видно, что наиболее оптимальными условиями проведения реакции этерификации бензойной кислоты изопропиловым спиртом в условиях микроволнового облучения являются: мощность СВЧ-облучения 600 Вт, продолжительность 10 мин, соотношение катализатора от общей массы реагирующих веществ 1%, соотношение исходных реагентов бензойная кислота:изопропиловый спирт 5:1. При этих условиях выход целевого продукта изопропилбензоата достигает 42,57%.

Использование предлагаемого способа получения изопропилбензоата соответствует принципам «зеленой» химии и обеспечивает по сравнению с известным способом следующее преимущество:

1. Исключается применение инертной атмосферы и высокой температуры;
2. Используется дешевый катализатор;
3. Сокращается продолжительность реакции;
4. Сильно упрощается процесс.

#### **ФОРМУЛА ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ**

Способ получения изопропилбензоата заключающийся во взаимодействии бензойной кислоты изопропиловым спиртом в молярных соотношениях 4-6:1, *отличающийся* тем, что для проведения реакции используют микроволновое облучение мощностью 100-900 Вт, в качестве катализатора используют серную кислоту в количестве 0,5-1,5% от общей массы реагирующих веществ и процесс ведут в течение 9-11 мин.