



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **58200** (13) **U**  
(51) МПК (2011.01)  
**C07C 69/40** (2006.01)  
**C07C 69/44** (2006.01)  
**B01J 31/00**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ДІЕСТЕРІВ

1

(21) u201009642  
(22) 02.08.2010  
(24) 11.04.2011  
(46) 11.04.2011, Бюл.№ 7, 2011 р.  
(72) МЕЛЬНИК СТЕПАН РОМАНОВИЧ, КАЧМАР-КОС НАТАЛІЯ ЯРОСЛАВІВНА, МЕЛЬНИК ЮРІЙ РОМАНОВИЧ, РЕУТСЬКИЙ ВІКТОР ВОЛОДИМИРОВИЧ  
(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ЛЬВІВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА"  
(57) 1. Спосіб одержання дієстерів дикарбонових кислот, що включає взаємодію дикарбонової кис-

2

лоти і спирту в присутності каталізатора, який **відрізняється** тим, що як каталізатор використовують сіль перфтороксасульфонатної кислоти формули  $RSO_3X$ , де  $R = CF_3CF_2OCF(CF_3)CF_2OCF_2CF_2-$  а  $X$  - катіон металу з ряду, що включає Be, Mg, Ca, Co, Ni, Cu, Zn, Ba, Sn, Pb, Sb.  
2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що каталізатор екстрагують з продуктів реакції водою та використовують повторно.

Корисна модель стосується органічної хімії, зокрема способу одержання дієстерів дикарбонових кислот, які застосовують як пластифікатори, висококиплячі розчинники тощо.

Відомий спосіб одержання дієстерів дикарбонових кислот, що включає взаємодію дикарбонової кислоти і спирту в присутності каталізатора мінеральної (сульфатної, хлоридної або фосфатної) кислоти [Барштейн Р.С., Кирилович В.И., Носовский Ю.Е. Пластификаторы для полимеров. - М: Химия, 1982. - С. 8-9, 52-53].

Але після завершення реакції каталізатор нейтралізують лугом, а продукти нейтралізації відмивають водою. Це зумовлює втрату каталізатора і значну кількість стічних вод під час одержання дієстерів. Можлива регенерація каталізатора є процесом багатостадійним і складним.

Відомий спосіб одержання дієстерів дикарбонових кислот, що включає взаємодію дикарбонової кислоти і спирту в присутності каталізатора. Як каталізатор використовують органічну бензол- або п-толуолсульфокислоту [Барштейн Р.С., Кирилович В.И., Носовский Ю.Е. Пластификаторы для полимеров. - М.: Химия, 1982. - С. 8-9, 52-53].

Але після взаємодії між дикарбоновою кислотою і спиртом каталізатор нейтралізують лугом, а продукти нейтралізації відмивають водою. Каталізатор з продуктів нейтралізації не виділяють. Це зумовлює втрату каталізатора і велику кількість стічних вод.

В основу корисної моделі поставлене завдання удосконалення способу одержання дієстерів дикарбонових кислот, в якому використання нового каталізатора забезпечило б можливість його екстрагування з продуктів реакції водою та повторне застосування.

Поставлене завдання вирішується тим, що в способі одержання дієстерів дикарбонових кислот, що включає взаємодію дикарбонової кислоти і спирту в присутності каталізатора, згідно з корисною моделлю, як каталізатор застосовують сіль перфтороксасульфонатної кислоти формули  $RSO_3X$ , де  $R = CF_3CF_2OCF(CF_3)CF_2OCF_2CF_2-$ , а  $X$  - катіон металу з ряду, що включає Be, Mg, Ca, Co, Ni, Cu, Zn, Ba, Sn, Pb, Sb.

Доцільно екстрагувати каталізатор з продуктів реакції та використати повторно.

Це забезпечує економію каталізатора і зменшення кількості стічних вод.

Для одержання дієстерів використовували дикарбонові кислоти -адипінову (АК) і бурштинову (БК) та спирти - 1-бутанол (БС) та 3-метил-1-бутанол (ІАС), а як каталізатор - солі перфторованої оксасульфокислоти.

Естерифікацію вели за умови азеотропної відгонки утвореної в результаті реакції води зі спиртом до припинення накопичення водного шару у водовідділювачі. Після розшарування водного і органічного шарів спирт повертали у реактор. У продуктах реакції визначали кислотне число (КЧ)

(13) **U**  
(11) **58200**  
(19) **UA**

[Одабашян Г.В., Швец В.Ф. Лабораторный практикум по химии и технологии основного органического и нефтехимического синтеза. Учеб. пособие для вузов. - 2-е изд. перераб. и доп. - М.: Химия, 1992. - С. 58-59], за яким розраховували конверсію карбоксильних груп.

Суть корисної моделі підтверджується прикладами.

Приклад 1. У реактор завантажили 30,0 г БК, 56,1 г іАС і 0,25 г каталізатора - перфтороксасульфонату стану му  $(CF_3CF_2OCF(CF_3)CF_2OCF_2CF_2SO_3)_2Sn$ . Реакційну масу витримали за умови кипіння і повної відгонки утвореної води. КЧ реакційної суміші зменшилося з 327,5 до 30,1 мг КОН/г. Конверсія карбоксильних груп реагентів становила 90,8%. Із суміші продуктів реакції масою 72,3 г екстрагували каталізатор за допомогою 10 см<sup>3</sup> дистильованої води, відділили екстракт каталізатора масою 8,9 г у ділительній лійці, який разом з 30,3 г БК і 56,4 г іАС внесли у реактор. Реакційну масу витримали за умови кипіння і повної відгонки утвореної води. КЧ реакційної суміші зменшилося з 331,7 до 45,6 мг КОН/г. Конверсія карбоксильних груп реагентів становила 86,3%.

Приклад 2. У реактор завантажили 39,9 г АК, 49,8 г БС і 0,0374 г каталізатора - перфтороксасульфонату цинку  $(CF_3CF_2OCF(CF_3)CF_2OCF_2CF_2SO_3)_2Zn$ . Реакційну масу витримали за умови кипіння і повної відгонки утвореної води. КЧ реакційної суміші зменшилося з 341,0 до 22,3 мг КОН/г. Конверсія карбоксильних груп реагентів становила 93,5%. Суміш продуктів реакції масою 77,0 г промили 9,9 см<sup>3</sup> реакційної води після її відділення у водовідділювачі, відділили екстракт каталізатора масою 7,0 г у ділительній

лійці, який разом з 40,0 г БК і 49,7 г БС внесли у реактор. Реакційну масу витримали за умови кипіння і повної відгонки утвореної води. КЧ реакційної суміші зменшилося з 317,2 до 36,2 мг КОН/г. Конверсія карбоксильних груп реагентів становила 88,6%.

Приклад 3. У реактор завантажили 35,3 г БК, 55,2 г БС і 0,100 г каталізатора - перфтороксасульфонату кобальту  $(CF_3CF_2OCF(CF_3)CF_2OCF_2CF_2SO_3)_2Co$ . Реакційну масу витримали за умови кипіння і повної відгонки утвореної води. КЧ реакційної суміші зменшилося з 370,2 до 7,1 мг КОН/г. Конверсія карбоксильних груп реагентів становила 98,1%. Суміш продуктів реакції масою 74,9 г промили 9,9 см<sup>3</sup> дистильованої води, відділили водний розчин каталізатора масою 9,1 г у ділительній лійці, який разом з 35,1 г БК і 55,0 г БС внесли у реактор. Реакційну масу витримали за умови кипіння і повної відгонки утвореної води. КЧ реакційної суміші зменшилося з 335,7 до 46,0 мг КОН/г. Конверсія карбоксильних груп реагентів становила 86,3%.

Приклади 4-12. Умови одержання дієстерів були аналогічні до прикладу 3, але відрізнялися лише тим, що як каталізатор естерифікації застосовували солі перфтороксасульфонатної кислоти формули  $RSO_3X$ , де  $R = CF_3CF_2OCF(CF_3)CF_2OCF_2CF_2-$ , а  $X$  - катіон металу з-поміж Be, Mg, Ca, Ni, Cu, Ba, Pb, Sb. Конверсія карбоксильних груп реагентів за умови попереднього і повторного застосування каталізатора у вигляді екстракту з продуктів реакції становила для перфтороксасульфонатів: Be - 97,0 і 94,5%, Mg - 90,3 і 87,1%, Ca - 94,9 і 88,6%, Ni - 92,4 і 87,3%, Cu - 97,2 і 95,6%, Ba - 80,6 і 78,9%, Pb - 86,5 і 81,2%, Sb - 81,8 і 76,1%.