



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **68294** (13) **U**
(51) МПК (2012.01)
C07C 69/40 (2006.01)
C07C 69/44 (2006.01)
B01J 31/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2011 09358	(72) Винахідник(и): Солод Микола Іванович (UA), Мельник Степан Романович (UA)
(22) Дата подання заявки: 26.07.2011	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 26.03.2012	(73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ЛЬВІВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА", вул. Ст. Бандери, 12, м. Львів-13, 79013 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 26.03.2012, Бюл.№ 6	

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ АСИМЕТРИЧНИХ ДІЕСТЕРІВ АДІПІНОВОЇ КИСЛОТИ

(57) Реферат:

Спосіб одержання асиметричних дієстерів адипінової кислоти, що включає взаємодію дибутиладипінату і спирту в присутності каталізатора, причому як спирт використовують циклогексанол, як каталізатор - сульфокатіоніт, попередньо оброблений насиченим розчином солі металу з ряду, що містить Co, Ni, Cu, Zn, Sn, Al.

UA 68294 U

Корисна модель належить до органічної хімії, зокрема способу одержання сумішей дієстерів дикарбонових кислот з високим вмістом асиметричних дієстерів, які застосовують як пластифікатори, висококиплячі розчинники тощо.

Відомий спосіб одержання асиметричних дієстерів адипінової кислоти, що включає взаємодію дибутиладипінату і спирту в присутності каталізатора. Як спирт використовували діоксаний спирт, як каталізатор - стеарат Цинку [Гурьянова, О. ІП. Разработка методов получения сложных эфиров диоксановых спиртов из отходов производства изопрена: дис. ... канд. хим. наук: 02.00.13 / Гурьянова Оксана Павловна. - Самара, 2006. - С.80].

Однак гомогенний каталізатор складно і економічно недоцільно відокремлювати від продуктів реакції, тому можливе лише його однократне використання, що спричиняє високі витрати на каталізатор.

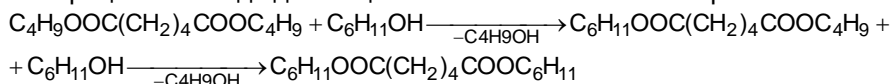
В основу корисної моделі поставлено задачу вдосконалення способу одержання асиметричних дієстерів адипінової кислоти, в якому використання нового спирту та гетерогенного каталізатора забезпечило би одержання асиметричного дієстеру адипінової кислоти з високим виходом та легке відділення каталізатора і можливість його багатократного використання, що дозволить скоротити витрати на каталізатор, спростити і здешевити процес.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі одержання асиметричних дієстерів адипінової кислоти, що включає взаємодію дибутиладипінату (дБА) і спирту в присутності каталізатора, згідно з корисною моделлю, як спирт використовують циклогексанол, як каталізатор - сульфокатіоніт, попередньо оброблений насиченим розчином солі металу з ряду, що містить Co, Ni, Cu, Zn, Sn, Al.

Заміщення іонів гідрогену катіонами металів в структурі сульфокатіоніту забезпечує одержання асиметричного дієстеру адипінової кислоти з високим виходом і дає можливість легко відділяти та багатократно використовувати гетерогенний каталізатор без втрати його активності, що дозволяє значно скоротити витрати на каталізатор і здешевити процес.

Для одержання дієстерів використовували дибутиладипінат (дБА) та циклогексанол ("ч", ТУ 6-09-06-1095-83). Каталізатор готували обробкою сульфокатіоніту КУ-2-8 ("ч", ГОСТ 20298-74) насиченими розчинами солей металів з ряду, що включає Co, Ni, Cu, Zn, Sn, Al, із наступною 2-разовою промивкою дистильованою водою та просушуванням на повітрі. Структуру утвореного каталізатора - сульфокатіоніту, в якому іони гідрогену замінені іонами вказаних металів, можна зобразити загальною формулою $(\text{RSO}_3)_n\text{Me}^{n+}$, де R - полімерний ланцюг сульфокатіоніту, а Me - катіон металу з ряду, що включає Co, Ni, Cu, Zn, Sn, Al.

Процес взаємодії дБА із циклогексанолом можна зобразити схемою перетворень:



Реакцію здійснювали за умови відгонки утвореного бутанолу із незначною кількістю циклогексанолу у пастку Діна-Старка. Виходи продуктів реакції за дибутиладипінатом розраховували за хроматографічно визначеним вмістом продуктів у реакційній суміші.

Суть корисної моделі підтверджується прикладами.

Приклад 1.

У реактор завантажили 29,5г дБА, 26,8г ЦОЛу і 2г каталізатора - Станум - катіоніту $(\text{RSO}_3)_2\text{Sn}$. Реакційну масу витримали за умови кипіння 300хв. при 165 °С, суміш бутанолу та циклогексанолу відганяли у пастку Діна-Старка. Виходи бутилциклогексиладипінату (БЦГА) та дициклогексиладипінату (ДЦГА) за дБА становили 26,5 % та 4,2 %, відповідно. Із кубового залишку фільтруванням відокремили каталізатор і використали його повторно. У реактор завантажили 29,5г дБА, 26,8г ЦОЛу і 2г каталізатора. Виходи бутилциклогексиладипінату та дициклогексиладипінату за дБА становили 27,2 % та 4,1 %, відповідно. При наступних використаннях каталізатора виходи практично не змінились.

Приклади 2-6.

Реакцію та інші операції здійснювали аналогічно прикладу 1, змінюючи каталізатор (табл.).

Виходи продуктів реакції за дибутиладипінатом при застосуванні різних каталізаторів

№ Прикладу	Вид каталізатора	Вихід БЦГА при першому використанні каталізатора, %	Вихід БЦГА при повторному використанні каталізатора, %	Вихід ДЦГА при першому використанні каталізатора, %	Вихід ДЦГА при повторному використанні каталізатора, %
1.	$(\text{RSO}_3)_2\text{Sn}$	26,5	27,2	4,2	4,1
2.	$(\text{RSO}_3)_3\text{Al}$	26,0	26,5	5	4,9
3.	$(\text{RSO}_3)_2\text{Co}$	27,4	27,1	3,2	3,3
4.	$(\text{RSO}_3)_2\text{Cu}$	35,1	35,6	6,8	6,5
5.	$(\text{RSO}_3)_2\text{Ni}$	25,3	26,0	2,7	2,4
6.	$(\text{RSO}_3)_2\text{Zn}$	28,9	29,3	3,2	3,0

При повторному використанні каталізаторів спостерігають незначне зростання виходу БЦГА та зменшення виходу ДЦГЛ. При наступних використаннях виходи продуктів реакції за дБА практично не змінюються.

5

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб одержання асиметричних дієстерів адипінової кислоти, що включає взаємодію дибутиладипінату і спирту в присутності каталізатора, який **відрізняється** тим, що як спирт використовують циклогексанол, як каталізатор - сульфокатіоніт, попередньо оброблений насиченим розчином солі металу з ряду, що містить Co, Ni, Cu, Zn, Sn, Al.

10

Комп'ютерна верстка Н. Лисенко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601