

# TỔNG HỢP ESTE METYL ANTRANILAT TRÊN CƠ SỞ ĐÓ PHA CHẾ MỘT SỐ ĐƠN HƯƠNG DÙNG CHO MỸ PHẨM SYNTHESIS OF METHYLANTHRANILATE AND PREPARATION OF SOME FLAVOURS USED IN COMESTICS ON ITS BASIS

Nguyễn Thị Thu Lan, Trần Vũ  
Đại học Khoa học, Đại học Huế

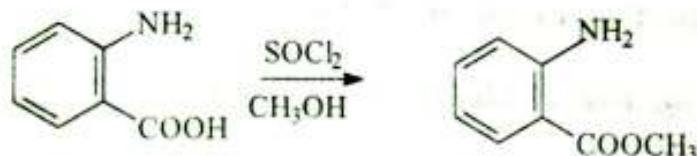
## SUMMARY

The synthesis of methylanthranilate by different methods was performed. The synthesis through chlorine derivative showed to be optimal with high yield and simple manipulation. Some flavour preparaties used in cosmetics were prepared on the basis of the synthesized methyl anthranilate

Các este của axit antranilic có ứng dụng rất rộng rãi trong công nghiệp hương liệu [1,2,3]. Metyl antranilat dùng để pha chế hương hoa Nhài, hương hoa Huệ, hương hoa Cam, hương hoa Thủy Tiên. Với mục đích tạo ra các este có thể phối trộn thành những hương liệu sử dụng trong công nghiệp thực phẩm và mỹ phẩm, chúng tôi đã tiến hành quá trình tổng hợp các este của axit antranilic và sau đó phối trộn một số đơn hương.

## I. PHẦN TỔNG HỢP

Từ bước đầu thăm dò quá trình tổng hợp các este của axit antranilic [4] bằng phương pháp trực tiếp và gián tiếp, sau đó chúng tôi đã dùng phương pháp qui hoạch hóa thực nghiệm để lựa chọn điều kiện tối ưu tổng hợp este metyl antranilat [5] và qua con đường dẫn xuất clorua [6]. Thông qua quá trình tổng hợp các este của axit antranilic cho thấy việc tổng hợp este đi từ axit antranilic tương đối khó khăn do axit này có hai nhóm chức là cacboxyl và amino, vì nhóm amino trong điều kiện của phản ứng este hóa có mặt axit  $H_2SO_4$  làm xúc tác nên nhóm amino sẽ chuyển thành dạng muối  $-NH_3^+$  làm cản trở cho phản ứng este hóa vì vậy phản ứng este hóa trực tiếp sẽ rất khó khăn, hiệu suất thu được kém. Chúng tôi thực hiện phản ứng tổng hợp gián tiếp bằng cách bảo vệ nhóm chức amino với việc sử dụng anhidrit axetic hiệu suất thu được cũng không cao. Bằng phương pháp qui hoạch hóa thực nghiệm chúng tôi cũng đã tìm được điều kiện tối ưu tổng hợp este metyl antranilat, đặc biệt chúng tôi đã tổng hợp este metylantranilat qua dẫn xuất clorua bằng cách dùng  $SOCl_2$  để chuyển từ nhóm cacboxyl thành dẫn xuất clorua sau đó từ dẫn xuất này chuyển hóa thành este rất thuận lợi cho phản ứng vì dẫn xuất clorua có khả năng phản ứng cao hơn axit, kết quả là thời gian phản ứng ngắn hơn, thao tác đơn giản và hiệu suất cao hơn [6].



Đặc biệt chúng tôi đã ghi phổ  $^1H$  - NMR và  $^{13}C$  - NMR của metyl antranilat, kết quả trên bảng 1 cho thấy phổ thu được hoàn toàn đúng như dự đoán của lý thuyết [6].



## II. PHẦN PHỐI HƯƠNG

Như trên, chúng tôi đã đề cập, este metyl antranilat là một đơn hương mùi hương hoa Cam, Nhài, Huệ, Thủy tiên ... vừa là chất định hương tốt, xuất phát từ mục đích muốn pha chế một số mẫu hương dùng cho mỹ phẩm và thực phẩm, chúng tôi đã pha chế được bốn mẫu gồm các cấu tử sau đây. Các mùi hương giữ lâu từ 45 đến 50 giờ, sau thời gian trên còn lại trên giấy lọc mùi thoảng qua, dịu mùi.

### Mẫu 1: Hương Nhài cho nước hoa

1. Tinh dầu hoa bưởi	5 ml
2. Tinh dầu hoa cam	3 -
3. Benzyl formiat	2 -
4. Benzyl benzoat	2 -
5. Phenyl etyl axetat	5 -
6. Metyl antranilat	3,5 -
7. Benzyl axetat	12 -
8. Benzyl butyrat	4 -
9. Tinh dầu nhài	12 -
10. Ancol benzylic	5 -
11. Indol 1% trong cồn	2 -
12. Cồn tinh khiết	44,5 -

### Mẫu 2. Hương hoa cam

1. Geranyl axetat	2,5 ml
2. Ancol benzylic	30 -
3. Dexyl andehit	0,5 -
4. Ancol dexylic	10 -
5. Linalol	1 -
6. Linalyl axetat	3 -
7. Nerol	10 -
8. Tecpineol	0,6
9. Metyl antranilat	5 -
10. Metyl salixylat	0,5 -
11. Tinh dầu hoa cam đắng	10 -
12. Cồn tinh khiết	26,9 -

### Mẫu 2. Hương Nhài cho vào gội đầu

1. Ancol cinnamic	1 ml
2. Ancol benzylic	17,8 -
3. Metyl antranilat	2 -
4. Citronelol	17,5 -
5. Tinh dầu hoa hồng	4,3 -
6. Etyl vanilin	0,3 -
7. Benzyl axetat	3,7 -
8. Linalol	7,1 -
9. Geraniol	4,3 -
10. Nerol	0,8 -
11. Tinh dầu hoa hồng	15 -
12. Cồn tinh khiết	26,2 -

### Mẫu 3. Mùi chanh

1. Axit succinic	1 gam
2. Aldehyt C 8	2 ml
3. Clorofoc	1 -
4. Etyl axetat	10 -
5. Tactic axit	10 g
6. Metyl antranilat	0,25
7. Tinh dầu chanh	10 ml
8. Glycerin tinh khiết	5 -
9. Octylic andehit	
pha loãng 1/10	0,05 ml
10. Cồn tinh khiết vừa đủ	100 ml

## III. KẾT LUẬN

Đã tổng hợp được este metyl antranilat bằng nhiều cách trong đó cách tốt nhất là sử dụng  $\text{SOCl}_2$  qua dẫn xuất clorua cho thời gian phản ứng ngắn nhất, hiệu suất cao và thao tác đơn giản.

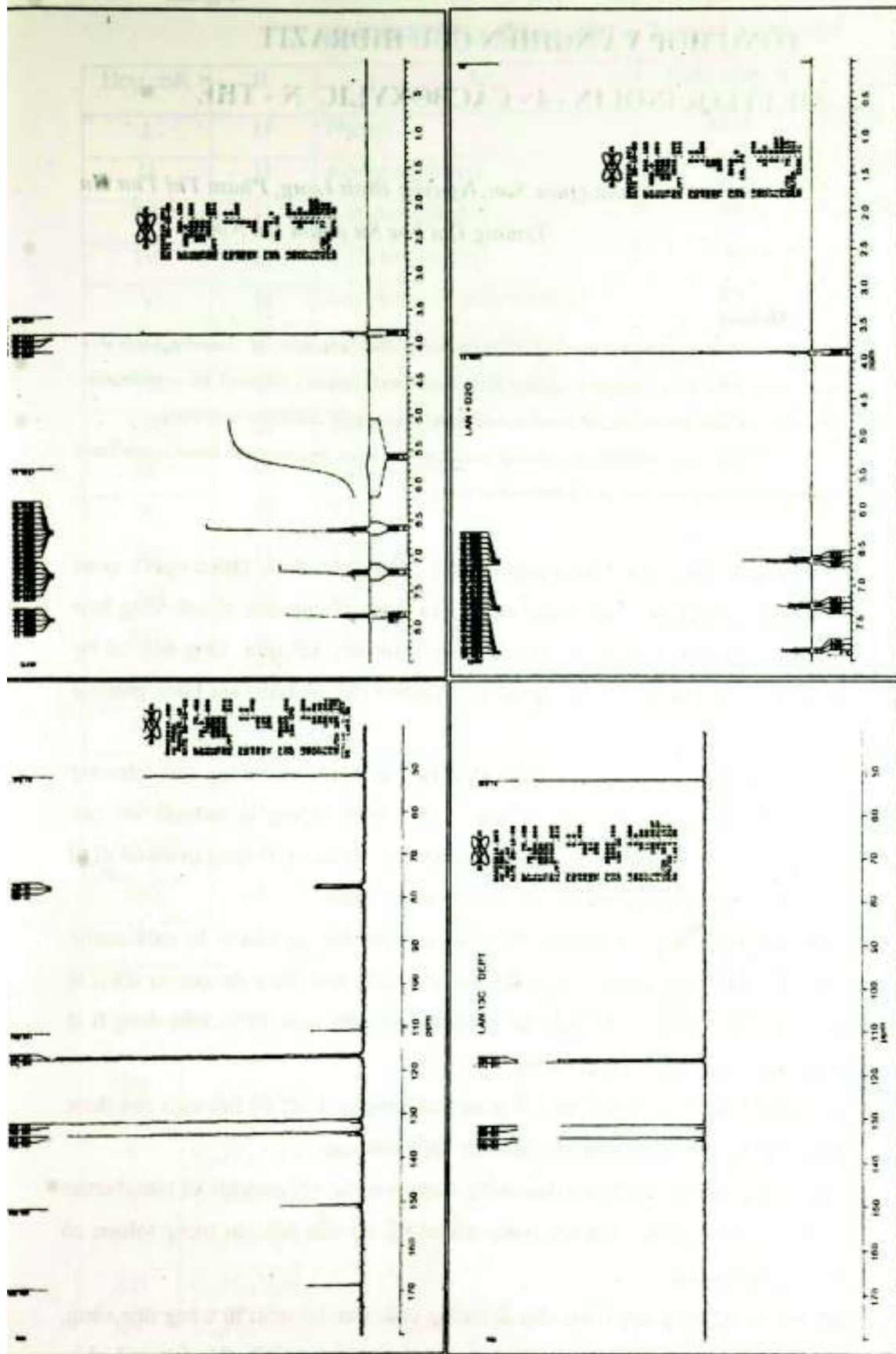
Đã pha chế được bốn mẫu hương trên cơ sở của este metyl antranilat để giới thiệu với cơ sở sản xuất mỹ phẩm.

Công trình này được hoàn thành với sự hỗ trợ của chương trình nghiên cứu cơ bản trong lĩnh vực khoa học tự nhiên.

#### IV. TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Cao Nam Quý. Công nghệ sản xuất hương phẩm mỹ phẩm. Nhà xuất bản Khoa học và kỹ thuật. Hà nội 1994.
2. René Cerbelaud. Hương liệu trong mỹ phẩm và thực phẩm. Nhà xuất bản Khoa học và kỹ thuật. Hà nội 1992. Lê Thanh Vân dịch.
3. Omer, E.A.Youssef, A.A. Biochemical studies on the essential oils of orange and mandarin. Egypt. Journal Horticulture 1997 24 (2) 207.
4. Nguyễn Thị Thu Lan, Võ Nguyễn Phiên Lam. Bước đầu tổng hợp một số este của axit antranilic. Tập san thông tin Khoa học số 10 Trường Đại học Khoa học Huế trang 148, (1996).
5. Nguyễn Thị Thu Lan. Lựa chọn điều kiện tối ưu để tổng hợp este methyl antranilat bằng phương pháp qui hoạch hóa thực nghiệm. Tạp chí Hóa học T.36, số 2, trang 7, 1998.
6. Nguyễn Thị Thu Lan. Tổng hợp este methyl antranilat. Tạp chí Hóa học, số 3, trang 81, 2000.





Bảng 1. Phổ NMR của este methyl anthranilat