

PR-58
СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1-МЕТИЛАДАМАНТАНА

Ивлева Е. А., Хатмуллина Ю. Э., Климочкин Ю. Н.

ФГБОУВО «Самарский государственный технический университет», 443100, Россия,
г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244
E-mail: ivleva.ea@samgtu.ru

Из литературных данных хорошо известны методы изомеризации полициклических каркасных углеводородов [1-3], тем не менее в литературе отсутствуют сведения о превращении 2-метиладамантана (**1**) в 1-метиладамантан (**2**). Мы провели ряд экспериментов по оптимизации условий изомеризации. Реакцию проводили под действием хлорида алюминия.

При отработке методики было установлено, что на выход конечного продукта оказывает влияние количество катализатора, объем растворителя и время проведения реакции. Наилучшие результаты были достигнуты при использовании 50 мольн. % $AlCl_3$, хлористого метилена в качестве растворителя (модуль 10). Время реакции составило 3 ч. Содержание **2** в реакционной смеси на момент окончания реакции составило 94%. Препаративный выход – 73% после перекристаллизации из метанола. Результаты по отработке методики изомеризации **1** в **2** представлены в таблице 1. Контроль за ходом реакции осуществляли с помощью ГЖХ.

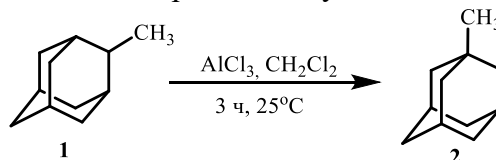


Таблица 1 – Результаты оптимизации изомеризации 2-метиладамантана (1)

| Количество $AlCl_3$, мольн. % | Растворитель/ модуль | Время реакции | Содержание 2 , % | Примечание |
|--------------------------------|----------------------|---------------|-------------------------|--|
| 25 | 1,2-ДХЭ/6 | 6 ч | 10 % | Содержится 1 и продукты диспропорционирования |
| 25 | 1,2-ДХЭ/6 | 20 ч | 24 % | |
| 25 | 1,2-ДХЭ/6 | 44 ч | 43 % | |
| 40 | 1,2-ДХЭ/4 | 48 ч | 80 % | |
| 40 | 1,2-ДХЭ/10 | 48 ч | 82 % | |
| 50 | 1,2-ДХЭ/7.5 | 8 дней | 66 % | Содержатся продукты диспропорционирования |
| 50 | 1,2-ДХЭ/7.5 | 17 ч | 79 % | |
| 50 | 1,2-ДХЭ/7.5 | 6 ч | 83 % | |
| 50 | 1,2-ДХЭ/7.5 | 3 ч | 87 % | Содержится 3-метил-1-хлорадамантан |
| 50 | 1,2-ДХЭ/10 | 3 ч | 94 % | Выход 43 % |
| 50 | ХМ/10 | 3 ч | 92 % | Выход 73 % |

Библиографический список

1. Hamill H., Karim A., McKervery M. A. Aspects of the 2,3-trimethylenenorbornaneadamantane rearrangement selective halogenation of adamantane and 1-methyladamantane. Tetrahedron. 1971. V. 27. Iss. 18, pp. 4317–4322.
2. Varushchenko R.M., Pashchenko L.L., Druzhinina A.I. et. al Thermodynamics of vaporization of some alkyladamantanes. J. Chem. Thermodyn. 2001, v. 33. Iss. 7, pp. 733–744.
3. Хуснутдинов Р. И. Синтез 1,3-диметиладамантана скелетной перегруппировкой углеводородов $C_{12}H_{18}$ и $C_{12}H_{20}$ на цеолите Y в HNa-форме / Р. И. Хуснутдинов, К. С. Кислицина, А. Н. Хазипова [и др.] // Журн. орг. химии. – 2013. – Т. 49. – Вып. 9. – С. 1290–1295.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (договор № 20-03-00869)