

использован в реакции более 15 раз.

сусной кислотой и водой, используют повторно.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР ^1H и ^{13}C регистрировали на приборе «Bruker AM-400», 400 МГц (^1H) и 100 МГц (^{13}C). ВЭЖХ проводилась на приборе «Agilent 1200» с УФ-детектором; колонка 2.1×150 мм, сорбент – «Zorbax SB-18», фр. 5 μm . Элюент MeCN–вода подкисленная 0,2 % H_3PO_4 .

Тетраацетилгексаазаизовюрцитан

В автоклав загружают 25 г ДБТА, 5 г 5 % Pd/C, 150 мл 50 % - ной уксусной кислоты. Автоклав закрывают, продувают 3 раза азотом и 2 раза водородом. Затем подают водород под давлением 5 кгс/см² и включают перемешивание. Реакцию проводят при температуре 70 – 75 °C в течение 3 часов. Затем катализатор отфильтровывают, а реакционную массу упаривают на ротационном испарителе до вязкого состояния. К упаренной массе приливают 150 – 200 мл спирта и перемешивают 15 – 20 минут. Кристаллический продукт отфильтровывают и сушат на воздухе. Выход ТА составляет 15 г (92%), чистота продукта 98 % (по ВЭЖХ). Тпл.=360 °C (с разложением). ^1H и ^{13}C ЯМР- спектры соответствуют литературным данным [1, 2]. Катализатор, промытый на фильтре горячей ук-

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пат. 2146676 Россия. Способ выделения производного гексаазаизовюрцитана, содержащего ацильную группу (варианты), способ получения тетраацилбис (арилметил)гексаазаизовюрцитана и способ получения тетраацетилгексаазаизовюрцитана / Тамоцу Кодама, Харуюки Миноура, Нобухи-за Мияке, Сецуо Ямамацу, Цутому Кацумата. - № заявки 98104124/04; заявлено 14.10.1997; опубл. 20.03.2000.

2. Пат. 6297373 США. Method for acylation hexakis(arylmethyl)hexaazaisowurtzitane / N. Ishihara, T. Kodama, N. Miyake et al. - № заявки 09/508581; заявлено 14.10.1998; опубл. 02.10.2001.

Сысолятин Сергей Викторович, директор, доктор химических наук Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук, dir@ipcet.ru, Алтайский край, г. Бийск, ул. Социалистическая, д.1.

Малыхин Валерий Викторович, кандидат химических наук, научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук, astro-78@mail.ru, Алтайский край, г. Бийск, ул. Социалистическая, д.1.

УДК 547.416.4

ИССЛЕДОВАНИЕ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ОСНОВНЫХ ПРИМЕСЕЙ 2,4,6,8,10,12-ГЕКСАНИТРО-2,4,6,8,10,12-ГЕКСААЗАИЗОВЮРЦИТАНА

А.И. Калашников, С.В. Сысолятин, Н.В. Шеин

Методом ВЭЖХ установлен состав примесей 2,4,6,8,10,12-гексанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана полученного нитрованием раствора 4,10-диформил-2,6,8,12-тетраацетил-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана в уксусной кислоте. Методами кристаллизации и препаративной хроматографии выделен 2,4,6,8,10-пентанитро-12-окса-2,4,6,8,10-пентаазаизовюрцитан. Показана возможность очистки 2,4,6,8,10,12-гексанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана кристаллизацией из 98 % азотной кислоты, ацетонитрила и диоксана.

Ключевые слова: ГАВ, CL-20, 2,4,6,8,10,12-гексанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитан, 2,4,6,8,10,12-гексанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазатетрацикло[5,5,0,0^{3,11},0^{5,9}]додекан, 2,4,6,8,10-пентанитро-12-окса-2,4,6,8,10-пентаазаизовюрцитан.

Исходным соединением в синтезе и производстве одного из высокоэнергетических соединений 2,4,6,8,10,12-гексанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана (2,4,6,8,10,12-гексанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазатетра-

цикло[5,5,0,0^{3,11},0^{5,9}]додекан, CL-20, ГАВ) является 4,10-дибензил-2,6,8,12-тетраацетил-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитан (ДБТА) [1-4]. Схема получения продукта приведена на рисунке 1.

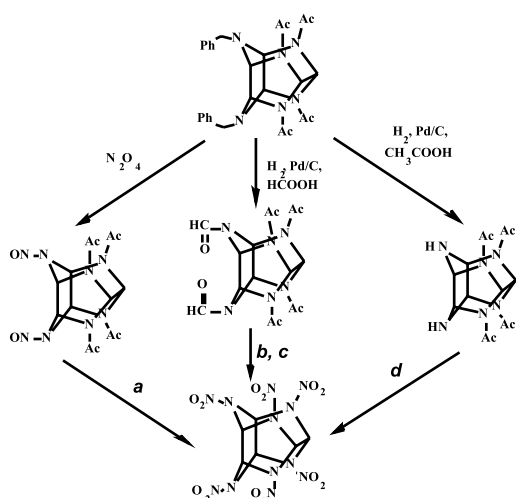


Рисунок 1 – Схема получения ГАВ,:

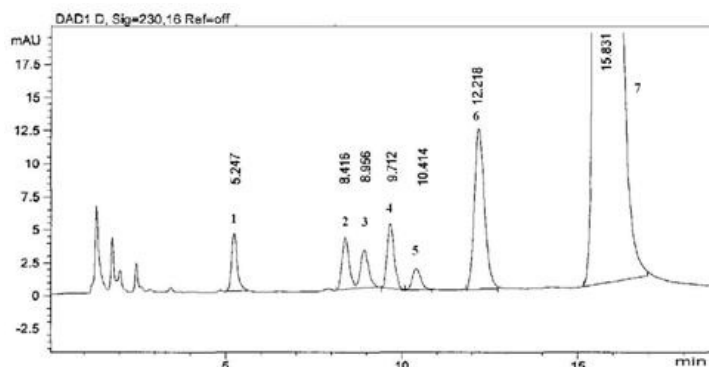
- a** - $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ (SNPE, France) [1];
b - $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ ($\text{HNO}_3/\text{N}_2\text{O}_5$) («Thiokol», USA) [2];
c - $\text{HNO}_3/\text{NH}_4\text{NO}_3$ («ФНПЦ Алтай», Россия) [3];
d - $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ («Asahi Chemical Ind», Japan) [4].

Результаты исследований состава примесей ГАВ, полученного разными методами показывают наличие, кроме продуктов неполного нитрования (моноацетил- и моноформил-пентанитрогексаазаизовюрцитан) [5], оксапримесей [6, 7, 8]. Их образование происходит за счет расщепления связи N-C, гидролиза и ресинтеза фрагментов. К факторам, увеличивающим долю ресинтеза, относятся высокая кислотность, содержание воды в нитрующей системе, высокая температура. Общее содержание примесей в продукте, полученном

по способам **a**, **c**, **d** (рисунок 1), не превышает 1,5 %. По варианту **b** содержание примесей достигает 3 %, что явилось одной из причин отказа корпорации «Thiokol» (USA) от использования диформильного производного и переход на способ «Asahi Chemical Ind» (Japan) [7].

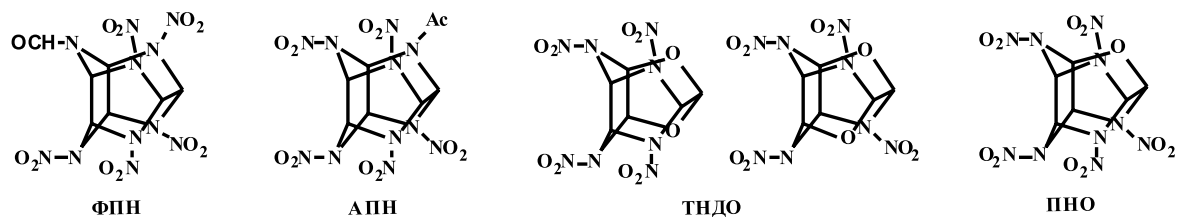
По варианту **c** при нитровании 4,10-диформил-2,6,8,12-тетраацетил-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана (ДФТА) смесью $\text{HNO}_3\text{-NH}_4\text{NO}_3$ в качестве основных примесей образуются 4-формил-2,6,8,10,12-пентанитро- и 4,10-диформил-2,6,8,12-тетранитро-2,4,6,8, 10,12-гексаазаизовюрцитаны [8]. При этом содержание основной примеси – 4-формил-2,6,8,10,12-пентанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана может достигать 1,2–1,5%.

По модифицированному способу на стадию нитрования поступает раствор ДФТА (без выделения в чистом виде) в уксусной кислоте [9-10] и соответственно нитрованию подвергается не только диформилпроизводное, но и все продукты, образующиеся на стадии восстановительного формилирования ДБТА. Кроме того, нитрование фактически проводится в присутствии значительного количества уксусной кислоты. Эти факторы изменяют качественный и количественный состав примесей продукта. После кристаллизации [11] содержание примесей в продукте, как правило, не превышает 1,0-1,4 %. В то же время содержание примесей в продукте, выделенном из маточника, может достигать 3,0 %. Такой продукт более пригоден для определения состава примесей. Хроматограмма состава продукта обогащенного примесями приведена на рисунке 2.



- 1 – неидентифицированная примесь 1;
 2 – 4-формил-2,6,8,10,12-пентанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитан (ФПН);
 3 – тетранитропроизводные диоксатетраазаизовюрцитана (ТНДО);
 4 – 2-ацетил-4,6,8,10,12-пентанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитан (АПН);
 5 – неидентифицированная примесь;
 6 – примесь 6 (ПНО);
 7 – 2,4,6,8,10,12-гексанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана (ГАВ).

Рисунок 2 – Хроматограмма образца ГАВ обогащенного примесями



Использование известных соединений установлено, что времена удерживания примесей 2 и 3 (рисунок 2) соответствуют 4-формил-2,6,8,10,12-пентанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитану (ФПН) и диоксапроизводным изовюрцитана. Диоксапроизводные могут состоять из двух возможных продуктов: 2,4,6,10-тетранитро-8,12-диокса-2,4,6,10-тетраазаизовюрцитана и 2,4,8,10-тетранитро-6,12-диокса-2,4,8,10-тетраазаизовюрцитана. Небольшая разница во временах удерживания ФПН и диоксапроизводных приводит к частичному перекрытию пиков на хроматограмме и не всегда позволяет точно разделить компоненты. Эти результаты соответствуют известным данным [6, 7]. В то

же время удерживания (рисунок 2) примеси 6 не вполне соответствует литературным данным, хотя и позволяет предположить для неё структуру монооксапроизводного изовюрцитана.

Для точной идентификации и установления свойств этой примеси необходимо было выделить соединение в индивидуальном виде.

С целью получения образца с максимальной возможной концентрацией примесей была проверена возможность кристаллизации ГАВ из различных растворителей.

ГАВ легко растворяется в азотной кислоте при нагревании и выпадает при охлаждении раствора. Температурная зависимость растворимости ГАВ показана на рисунке 3.

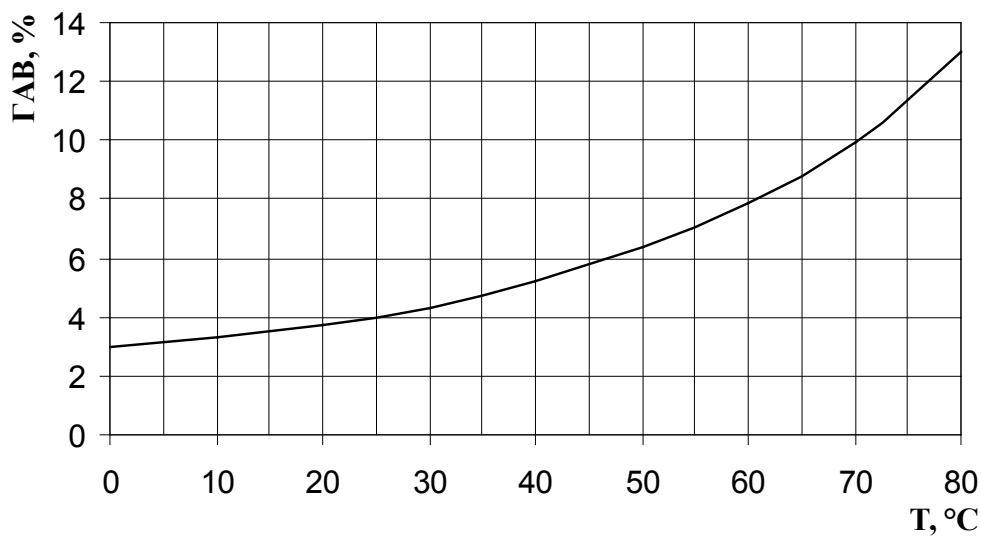


Рисунок 3 – Растворимость ГАВ в 98 % азотной кислоте при различных температурах

Состав исходного и кристаллизованного продукта приведен в таблице 1. Кристаллизация ГАВ из азотной кислоты позволяет практически полностью удалить большинство примесей, и этот метод может быть использован для очистки продукта. Азотная кислота, использованная для кристаллизации, мо-

жет быть использована многократно. Расчет баланса продуктов показывает, что процесс кристаллизации сопровождается нитрованием 2-ацетил-4,6,8,10,12-пентанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана и разрушением примеси 1. Одновременно происходит разрушение 2,4,6,8,10-пентанитро-12-окса-2,4,6,

8,10-пентаазаизовюрцитана (ПНО) и накопление тетранитродиоксида-2,4,8,10-тетраазаизовюрцитана (ТНДО). Последний продукт может образовываться при разрушении ПНО. Появление 4-формил-2,6,8,10,12-пентанитро-

2,4,6,8,10,12-гексаазаизовюрцитана, по-видимому, связано с накоплением его и соответствует содержанию в исходном продукте на уровне 0,05 %.

Таблица 1 – Состав ГАВ после кристаллизации из азотной кислоты

№	Наименование	Состав ГАВ					
		Примесь 1	ФПН	ТНДО	АПН	ПНО	ГАВ
		%	%	–	%	%	%
1	Исходный ГАВ	0,45	<0,05	–	0,75	1,49	97,31
2	Кристаллизованный ГАВ	Отс.	Отс.	–	Отс.	1,02	98,98
3	Кристаллизованный ГАВ, повторное использование маточника	Отс.	Отс.	–	Отс.	1,21	98,79
4	Кристаллизованный ГАВ, трехкратное использование маточника	Отс.	Отс.	–	Отс.	1,35	98,65
5	Высажен водой из маточника	0,48	0,3	0,16	1,15	1,32	96,59
6	Высажен водой, трехкратное использование маточника	0,25	0,95	0,36	0,64	4,89	92,91

Кристаллизация ГАВ из 98 % азотной кислоты достаточно эффективно удаляет большую часть примесей. Однако даже трехкратное использование маточника не позволило получить продукт с концентрацией ПНО более 5 %.

При кристаллизации продукта из ацетонитрила и диоксиана ГАВ кристаллизуется в виде сольвата с растворителем и после сушки на воздухе приобретает вид аморфного порошка. Результаты кристаллизации представлены в таблице 2. Применение ацетонитрила позволяет снизить концентрацию всех примесей (п.п. 1.1-1.3, таблица 1), однако сконцентрировать пентанитрооксапроизводное не удалось.

Наиболее эффективным способом концентрирования примеси ПНО оказалась кристаллизация из диоксиана. При этом примеси накапливаются в маточном растворе, а ГАВ выделяется из раствора в виде сольватного комплекса с растворителем. Лабильный комплекс ГАВ с диоксаном достаточно устойчив при обычных условиях. Полное удаление раство-

рителя происходит только после двухчасовой выдержке, при температуре 110-120 °С. Весовой анализ показывает потерю веса, соответствующую 1 молю диоксиана на 1 моль ГАВ. Многократная кристаллизация продукта из диоксиана позволила получить образец с концентрацией ПНО – 35 %. Примесь была выделена методом препаративной хроматографии и проанализирована.

Спектр ЯМР ¹H показывает наличие характерных для производных гексаазаизовюрцитана шести атомов водорода: 7.29–7.37 (м, 2H, CH), 7.55–7.61 (д, 1H, CH), 7.82–7.91 (м., 2H, CH), 7.96–8.02 (м., 1H, CH). ЯМР С¹³ показывает наличие шести сигналов: 70.79, 71.15, 71.37, 74.74, 83.45, 88.45. Наличие индивидуального сигнала у каждого углеродного атома показывает отсутствие симметрии в молекуле. Эмуляция спектров различных возможных структур показывает, что подобный набор сигналов возможен только для монооксапроизводного гексаазаизовюрцитана.

Таблица 2 – Состав ГАВ при кристаллизации из ацетонитрила и диоксиана

№	Наименование	Состав ГАВ					
		Примесь 1	ФПН	ТНДО	АПН	ПНО	ГАВ
		%	%	%	%	%	%
кристаллизация из ацетонитрила							
1.1	Исходный ГАВ	0,87	–	0,08	0,36	3,5	95,19
1.2	Кристаллизованный ГАВ	0,14	–	0,02	0,13	3,13	96,58
1.3	Продукт из маточника	0,07	–	0,22	0,9	4,44	94,37
кристаллизация из диоксиана							
2.1	Исходный ГАВ	0,29	0,11	–	3,62	0,69	95,29
2.2	Кристаллизованный продукт	0,1	Отс.	–	2,99	0,18	96,61
2.3	Продукт из маточника	1,4	0,56	–	7,75	4,68	85,61

Выводы:

– для очистки ГАВ может быть использован метод кристаллизации из азотной кислоты, ацетонитрила и диоксана; в результате кристаллизации из ацетонитрила и диоксана образуются лабильные комплексы ГАВ – растворитель;

– в результате нитрования раствора ДФТА кроме продуктов неполного нитрования образуются диокса- и окса- производные изовюрцитана.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК-спектры соединений записывали на приборе «Инфралюм ФТ-801» в таблетках с KBr. Спектры ЯМР ^1H и ^{13}C регистрировали на приборе «Bruker AM-400», 400.13 (^1H) и 100.61 Мгц (^{13}C). Контроль чистоты продуктов проводили методом ТСХ (пластины «Merck» Silica gel 60 F₂₅₄, элюент – ацетонитрил : о-ксилол = 1:10 (по объёму). Для препаративной хроматографии использовали хроматографическую колонку (длина 700 мм, диаметр 12 мм), заполненную силикагелем «Merck», фракция 0,063–0,2 мм и элюент такого же состава. Элементный анализ проводили на элементном С, Н, N, О анализаторе FlashEATM 1112.

Анализ состава продуктов методом ВЭЖХ проводился на приборе «Agilent 1200» с УФ-детектором с использованием градиентного элюирования; предварительная колонка 2.1×15 мм, сорбент – «Zorbax SB-18», фр. 3 μm ; колонка 2.1×150 мм, сорбент – «Zorbax SB-18», фр. 5 μm ; элюент А – 0,2 % раствор ортофосфорной кислоты, элюент Б – ацетонитрил, скорость подачи элюента – 0,4 мл/мин.

Кристаллизация ГАВ из азотной кислоты. В круглодонную колбу, снабженную мешалкой, термометром, загружали 75,0 мл 98 %-ной азотной кислоты и 14,6 г ГАВ. Смесь нагревали до температуры 78÷80 °С и перемешивали до растворения продукта. Раствор охлаждали до температуры 0 °С и отфильтровывали выпавший продукт на воронке Шотта. Отфильтрованный продукт загружали в стакан с 30 мл ледяной воды, через час повторно фильтровали и промывали водой. После сушки получили 10,1 г очищенного ГАВ. В отфильтрованный маточник загружали 10,5 г ГАВ и повторяли кристаллизацию. Получили вторую порцию ГАВ – 10,7 г. Аналогично получили третью порцию продукта. Маточник разбавляли в лед и отфильтровывали выпавший продукт. После сушки получили 3,1 г продукта.

Состав исходного и кристаллизованного продуктов приведен в таблице 1.

Кристаллизация ГАВ из ацетонитрила.

В плоскодонную колбу, снабженную магнитной мешалкой, загружали 40 мл ацетонитрила, 40 г ГАВ. Нагревали до кипения и охлаждали на воздухе при включенной мешалке до комнатной температуры. Выпавший продукт отфильтровывали, промывали ацетонитрилом, сушили на воздухе. Получали 20,5 г ГАВ. Маточник упаривали на роторном испарителе до кашеобразного состояния, отфильтровывали продукт и промывали небольшим объемом ацетонитрила. Получали вторую порцию продукта 12,0 г ГАВ (продукт из маточника). Состав исходного и кристаллизованного продуктов приведен в таблице 2.

Кристаллизация ГАВ из диоксана.

В плоскодонную колбу, снабженную магнитной мешалкой, загружали 75 мл очищенного от перекисей диоксана и при перемешивании и температуре 60–70 °С небольшими порциями загружали 30,6 г ГАВ. Нагревали до температуры 95–98 °С и перемешивали до растворения. Раствор охлаждали при включенной мешалке до комнатной температуры. Выпавший продукт отфильтровывали, промывали диоксаном. После сушки на воздухе получали 28,0 г продукта (комплекс ГАВ-диоксан). После сушки при температуре 110÷120 °С в течение 2 часов получали 23,5 г ГАВ. Маточник упаривали под вакуумом на роторном испарителе до кашеобразного состояния, отфильтровывали продукт и промывали небольшим объемом диоксана. Получали вторую порцию продукта 5,0 г ГАВ (продукт из маточника).

Состав исходного и кристаллизованного продуктов приведен в таблице 2.

Выделение 2,4,6,8,10-пентанитро-12-окса-2,4,6,8,10-пентаазаизовюрцитана (ПНО). Многократной кристаллизацией из диоксана получали образец ГАВ (из маточника) с содержанием ПНО – 35 %. Для оперативного контроля использовался метод ТСХ. Относительное время удерживания (R_f) составляло: ПНО – 0,56, ГАВ – 0,41; для остальных примесей 0,26 и 0,12. Кроме того, отмечено наличие компонента на старте.

0,7 г образца растворяли в 10 мл элюента, помещали в колонку и проводили элюирование. Скорость пропускания элюента составляла 0,9–1,1 мл/мин. Отбирали фракции по 15–20 мл. Появление ПНО отмечено после пропускания 500 мл элюента. Отбирали фракции, содержащие ПНО и ГАВ. Выделение остальных компонентов не проводилось.

Фракции, содержащие ПНО, упарили на роторном испарителе, сухой остаток залили

небольшим количеством бензола, отфильтровали, сушили на воздухе. Получили 0,24 г с содержанием ПНО по данным ВЭЖХ – 98 %.

Т.разл. 226-240 °С. Найдено (%): С, 18.68; Н, 1.62; N, 35.1. C₆H₆N₁₀O₁₁. Вычислено (%): С, 18.28; Н, 1.53; N, 35.53; О, 44.65.

ИК-спектр, $\nu/\text{см}^{-1}$: 3044, 2921, 2852, 1599, 1332, 1270, 1180, 1088, 1030, 954, 887, 829, 762, 721, 662.

Спектр ЯМР ¹H (DMSO-d₆, δ , м.д.): 7.29–7.37 (м, 2H, CH), 7.55–7.61 (д, 1H, CH), 7.82–7.91 (м., 2H, CH), 7.96–8.02 (м., 1H, CH).

Спектр ЯМР ¹³C (DMSO-d₆, δ , м.д.): 70.79, 71.15, 71.37, 74.74, 83.45, 88.45 (CH).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Пат. GB2393957 (Франция), Synthesis of hexaazaisowurtzitane derivatives // Bescond P., Graindore H., Mace H. – 1996.
- 2 (a) Пат. US5739325 (США), Hydrogenolysis of 2,4,6,8,10,12 hexabenzyl-2,4,6,8,10,12 hexaazatetracyclo [5.5.0.0.^{3,11}0^{5,9}] dodecan. / R.B.Wardl, W.W. Edwards – 13 p. (Chem. Abstr., 127,110983 (1998)); (b) Пат. US 6,147,209 (США), Method for making new polycyclic polyamides as precursors for energetic polycyclic polynitroamine oxidizers. // R.B. Wardle, J. C. Hinshaw (США) – 8с. (Chem. Abstr., 132,352267 (2000)).
- 3 Пат. RU2199540 (Рос. Федерация). Способ получения 2,4,6,8,10,12-гексанитро 2,4,6,8,10,12-гексаазатетрацикло [5,5,0,0^{3,11}0^{5,9}] додекана // Сысолятин С.В., Лобанова А.А., Черникова Ю.Т.; Бюл. изобрет., 2003, №6.
- 4 Пат. WO9805666 (Япония), Process for preparation of hexanitrohexaazaisowurtsitanes / S. Kawabe, T. Kodama, H. Miya, et all. – 1998.
- 5 Kaiser M., Ditz B. // 30st Annual Conference of ICT. – 1999. – P. 94-1 – 94-16.
- 6 Jacob G., Lacroix G., Destombes V. Identification and analysis of impurities of HNIW. // 31st International Annual Conference of ICT, Karlsruhe, FRG, «Energetic Materials Analysis, Diagnostics and Testing». – 2000. –

P. 106.1-106.12.

7 Cannizo L., Hamilton S., Sanderson A., Wardle R., White S. Development of Alternete Process for the Sinthesis of CL-20. // 32st International Annual Conference of ICT, Karlsruhe, FRG, «Energetic Materials Ignition, Combustion and Detonation». – 2001. – P. 108.1-108.9.

8 Сысолятин С.В., Лобанова А.А., Черникова Ю.Т., Калашников А.И., Сурмачев В.В. Нитролиз производных гексаазаизовюрцитана. // Химическая технология. – 2005. – № 11. – С.12-15.

9. Пат. RU2355693 (Рос. Федерация). Способ получения 2,4,6,8,10,12-гексанитро-2,4,6,8,10,12-гексаазатетрацикло[5,5,0,0^{3,11}0^{5,9}] додекана // Сысолятин С.В., Калашников А.И., Лобанова А.А., Черникова Ю.Т., Кадулин В.В., опубликован 20.05.2009 г.

10 Калашников А.И., Сысолятин С.В., Черникова Ю.Т., Кадулин В.В., Лобанова А.А. Нитролиз растворов 4,10-диформил-2,6,8,12-тетраацетил-2,4,6,8,10,12-гексаазатетрацикло [5,5,0,0^{3,11}0^{5,9}] додекана // Ползуновский вестник. – 2007. – № 3. – С. 48.

11 Лапина Ю.Т., Савицкий А.С., Мотина Е.В., Бушин Н.В., Лобанова А.А., Головин Н. И. // Журнал прикладной химии. – 2009. – Т. 82, № 10. – С. 1669–1676.

Калашников Александр Иванович, старший научный сотрудник, кандидат химических наук Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук, dir@ipcet.ru, Алтайский край, г. Бийск, ул. Социалистическая, д.1.

Сысолятин Сергей Викторович, директор, доктор химических наук Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук, dir@ipcet.ru, Алтайский край, г. Бийск, ул. Социалистическая, д.1.

Шеин Николай Васильевич, начальник отдела - руководитель АИЦ ОАО «ФНПЦ «Алтай», post@frpc.secna.ru, Алтайский край, г. Бийск, ул. Социалистическая, д.1.

УДК 547.327, 547.1-304.2

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НЕОПЕНТИЛАМИНА

В.Н. Сурмачев, С.В. Сысолятин, М.В. Тильзо

Разработан способ синтеза неопентиламина на основе трет-бутанола. Ключевой стадией синтеза является получение триметилуксусной кислоты. Установлены параметры, влияющие на выход триметилуксусной кислоты. Суммарный выход неопентиламина составил 31 %.

Ключевые слова: неопентиламин, триметилуксусная кислота.

Неопентиламин (3,3-диметилпропил-амин) – труднодоступное соединение, находя-

щее применение в органическом синтезе.

Способы получения неопентиламина