

**Таблица 1.** Гидроментоксикарбонилирование изобутилена монооксидом углерода и *l*-ментолом в присутствии системы Pd(Асac)<sub>2</sub>-PPh<sub>3</sub>-TsOH. Мольное отношение [*l*-Ментол] : [Изобутилен] : [Pd(Асac)<sub>2</sub>] = 435 : 550 : 1. Количество Pd(Асac)<sub>2</sub> = 0.035 г (0.115 ммоль)

№	Мольное отношение компонентов каталитической системы к Pd(Асac) <sub>2</sub>		Условия проведения реакции			Непрореагировавший <i>l</i> -ментол, % от исходного кол-ва	Выход <i>l</i> -ментилизовалерата, %	
	[PPh <sub>3</sub> ]	[TsOH]	<i>T</i> , °C	<i>p</i> <sub>CO</sub> , МПа	<i>τ</i> , ч		на загруженный <i>l</i> -ментол	на прореагировавший <i>l</i> -ментол
1	2	12	100	2	4	79.8	13.2	65.3
2	3	12	100	2	4	74.2	19.3	74.8
3	5	12	100	2	4	75.1	21.5	90.1
4	7	12	100	2	4	28.3	67.6	94.3
5	9	12	100	2	4	44.2	48.2	86.4
6	7	8	100	2	4	56.6	35.3	80.5
7	7	10	100	2	4	26.6	61.9	84.1
8	7	13	100	2	4	53.5	36.7	80.1
9	7	12	90	2	4	40.6	54.8	91.8
10	7	12	110	2	4	40.1	52.1	87.3
11	7	12	100	1.5	4	46.5	46.9	87.2
12	7	12	100	2.5	4	57.9	39.7	97.1
13	7	12	100	2	2	54.2	39.2	85.6
14	7	12	100	2	5	62.0	30.2	79.8

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Комплекс Pd(Асac)<sub>2</sub> получали по известной методике [13]. *n*-Толуолсульфоокислоту (марки “ч”) перекристаллизовывали из 96% этанола и сушили до состава TsOH · H<sub>2</sub>O. Трифенилфосфин (марки “ч”, “Chemapol”) перекристаллизовывали из смеси эфир–этанол до постоянства температуры плавления. Использовали абсолютированный этанол, а также изобутилен 99.5%-ной чистоты, монооксид углерода 99.8%-ной чистоты и 1-ментол 99.7%-ной чистоты. Опыты проводили в лабораторной установке автоклавного типа из нержавеющей стали без применения растворителей. В автоклав емкостью 100 мл, загружали компоненты каталитической системы и соответствующие спирты (этанол, 1-ментол); автоклав герметизировали, продували монооксидом углерода, вводили изобутилен и монооксид углерода, и включали перемешивание и обогрев. По окончании реакции автоклав охлаждали до комнатной температуры, давление в автоклаве снижали до атмосферного, продукты реакции выделяли фракционированием по методикам, описанным ранее [6, 10, 12]. Чистоту и анализ продуктов реакции определяли методом ГЖХ на хроматографе ЛХМ-72 с детектором по теплопроводности: колонки из нержавеющей стали длиной 2 м и диаметром 3 мм, заполненные сорбентом 5% Reoplex-400 на Chezasorb AW с зернением 0.15–0.25 мм.

Температура термостата колонки 110°C, испарителя 165–180°C; скорость газа-носителя (гелий) 30 мл/мин.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Изучено влияние различных условий проведения реакции гидроментоксикарбонилирования изобутилена монооксидом углерода и *l*-ментолом на выход продукта. Результаты приведены в табл. 1. Карбонилирование изобутилена идет региоселективно по крайнему атому углерода с образованием линейного продукта – *l*-ментилизовалерата. Реакцию проводили при мольном соотношении [*l*-ментол] : [изо-C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>] : [Pd(Асac)<sub>2</sub>] = 435 : 550 : 1. Как видно из данных табл. 1, реакция во всех опытах проходит не до конца: возврат не прореагировавшего *l*-ментола составляет 26.6–79.0% от исходного количества.

Сильное влияние на выход продукта оказывает соотношение компонентов каталитической системы. Увеличение соотношения PPh<sub>3</sub>/Pd(Асac)<sub>2</sub> от 2 до 7 приводит к росту выхода *l*-ментилизовалерата от 13.2 до 67.6% (табл. 1, пп. 1–4). Дальнейшее увеличение избытка PPh<sub>3</sub> снижает выход продукта (табл. 1, п. 5). Увеличение соотношения TsOH/Pd(Асac)<sub>2</sub> от 8 до 12 увеличивает выход продукта от 35.3 до 67.6% (табл. 1, пп. 4, 6 и 7). Оптимальным соотношением компонентов каталитической системы