

Союз Советских
Социалистических
Республик



Комитет по делам
изобретений и открытий
при Совете Министров
СССР

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

371220

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 17.V.1971 (№ 1659832/23-4)

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 22.II.1973. Бюллетень № 12

Дата опубликования описания 16.V.1973

М. Кл. С 07d 15/04

УДК 547.841(088.8)

Авторы
изобретения

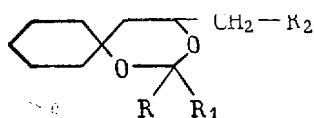
В. И. Пансевич-Коляда и Р. С. Лукьянова

Заявитель

Белорусский политехнический институт

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1,3-ДИОКСАНОВ СПИРАНОВОГО РЯДА

Изобретение относится к способу получения новых соединений 1,3-диоксанов спиранового ряда формулы



где R и R₁ — атом водорода, алкил или арил;
R₂ — алкокси группа или группа формулы



R₃ и R₄ — атом водорода или алкил, или R₃ и R₄ вместе образуют алкиленовую цепь, которая может быть прервана другим гетероатомом, обладающих физиологически активными свойствами.

Способ основан на известной в органическом синтезе реакции получения 1,3-диоксанов взаимодействием альдегидов или кетонс с полиоксисоединениями.

Предлагаемый способ заключается в том, что 1-(3-R₂-2-оксипропил) - 1-циклогексанол подвергают взаимодействию с альдегидом или кетоном, и целевой продукт выделяют обычными приемами.

Процесс можно проводить в присутствии *n*-толуолсульфокислоты или КУ-2 в Н-форме.

Пример 1. Получение 4-(морфолинометил)-1,3-диоксаспиро-[5,5]-ундекана.

3,6 г (0,015 моль) 1-(3-морфолино-2-оксипропил)-1-циклогексанола и 4,5 г (0,15 моль) пароформа в 60 мл абсолютного бензола нагревают в присутствии 4,1 г *n*-толуолсульфокислоты. Ход реакции контролируют по выделению воды в ловушке Дина-Старка. По окончании реакции бензольный раствор промывают раствором соды, затем водой, сушат углекислым калием, бензол отгоняют остаток фракционируют в вакууме. Выход 2,9 г (78%); т. кип. 158—159°С (2 мм рт. ст.); n_D^{20} 1,4970; d_4^{20} 1,0834; M_R^D 68,96; выч. 69,12.

Найдено, %: N 5,46; 5,37.

C₁₄H₂₅O₃N.

Вычислено, %: N 5,49.

Пример 2. Получение 2-фенил-4-(пропосиметил)-1,3-диоксаспиро-[5,5]-ундекана.

4,3 г (0,02 моль) 1-(3-пропокси-2-оксипропил)-1-циклогексанола и 4,2 г (0,04 моль) бензальдегида в 60 мл абсолютного бензола нагревают в присутствии 8 г катионита КУ-2 в Н-форме. Ход реакции контролируют по выделению воды в ловушке Дина-Старка. По окончании реакции катионит отфильтровыва-

ют и промывают безводным бензолом. Бензольные вытяжки объединяют, растворитель отгоняют, а остаток фракционируют в вакууме. Получают 3,9 г (70%); т. кип. 175—176°C (2 мм рт. ст.); n_D^{20} 1,5100; d_4^{20} 1,0435; M_{RD} 87,24; выч. 86,88.

Найдено, %: С 74,86; 75,31; Н 9,17; 9,45.

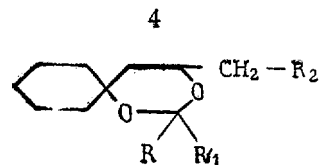
$C_{19}H_{28}O_3$.

Вычислено, %: С 75,00; Н 9,21.

Строение полученных спиро-1,3-диоксанов подтверждено их ИК-спектрами.

Предмет изобретения

Способ получения 1,3-диоксанов спиранового ряда формулы



где R и R₁ — атом водорода, алкил или арил; R₂ — алкоксигруппа или группа формулы



15 в которой R₃ и R₄ — атом водорода или алкил, или R₃ и R₄ вместе образуют алкиленовую цепь, которая может быть прервана другим гетероатомом, отличающийся тем, что 1-(3-R₂-2-оксипропил)-1 - циклогексанол, где R₂ имеет вышеуказанные значения, подвергают взаимодействию с соответствующим альдегидом или кетоном, и целевой продукт выделяют обычными приемами.

Составитель З. Латыпова

Редактор Л. Герасимова

Техред А. Камышникова

Корректор Г. Запорожец

Заказ 1324/8

Изд. № 1216

Тираж 523

Подписное

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5