



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 423795

(61) Зависимое от авт. свидетельства —

(22) Заявлено 17.07.72 (21) 1812847/23-4

с присоединением заявки № —

(32) Приоритет —

Опубликовано 15.04.74. Бюллетень № 14

Дата опубликования описания 06.06.75

(51) М. Кл. С 07d 13,04

(53) УДК 547.841
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

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

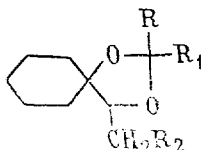
(71) Заявитель

Белорусский ордена Трудового Красного Знамени
политехнический институт

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1,3-ДИОКСОЛАНОВ СПИРАНОВОГО РЯДА

1

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



где R и R₁ — атом водорода, алкил или арил;

R₂ — алкоксигруппа или группа $\text{—N} \begin{matrix} \text{R}_3 \\ \text{R}_4 \end{matrix}$

где R₃ и R₄ — атом водорода или алкил или R₃ и R₄ вместе образуют алкиленовую или гетероалкиленовую цепь, которые могут найти применение в качестве физиологически активных соединений или полупродуктов в тонком органическом синтезе.

Известен способ получения 1,3-диоксоланов спиранового ряда конденсацией галоидзамещенных ацетиленовых спиртов с параформом в щелочном растворе. Однако исходные соединения для этого синтеза труднодоступны. По этому способу соединения приведенной формулы не могут быть получены. Предлагаемый способ получения 1,3-диоксоланов спиранового ряда, заключающийся в конденсации вторично-третичных алкоксиметил- или алкоксиаминометилзамещенных гли-

2

колей циклогексанового ряда с различными альдегидами жирного или ароматического рядов, открывает широкую возможность для синтеза соответствующих 1,3-диоксоланов спиранового ряда. Реакцию конденсации проводят в абсолютном бензоле при нагревании в присутствии катализатора *n*-толуолсульфокислоты. Пример 1. Получение 2-фенил-4-метоксиметил-1,3-диоксаспиро-[4,5]-декана.

К 3,5 г (0,02 моля) 1-(1-окси-2-метокси-этил)-циклогексанола в 60 мл сухого бензола добавляют 4,2 г (0,04 моля) бензальдегида и 0,5 г *n*-толуолсульфокислоты. Ход реакции контролируют по выделению воды в ловушке Дина—Старка. По окончании реакции бензольный раствор промывают раствором соды, затем водой и сушат над K₂CO₃. После отгонки растворителя и избытка альдегида остаток фракционируют в вакууме. Получают 3,7 г (60%). Т. кип. 149—150°С (1 мм рт. ст., *n*_D²⁰ 1,5200, *d*₄²⁰ 1,0832; MR_D 73,31, вычислено 73,02.

Найдено, %: С 73,62, Н 8,16.

C₁₆H₂₂O₂.

Вычислено, %: С 73,28; Н 8,39.

Пример 2. Получение 4-N-морфолинометил-1,3-диоксаспиро-[4,5]-декана.

Смесь 3,3 г (0,015 моля) 1-(1-окси-2-морфолинометил)-циклогексанола в 100 мл сухого бензола и 3 г 0,1 моля пароформа в при-

сутствии 3,8 г *n*-толуолсульфонокислоты нагревают на водяной бане с обратным холодильником. Реакцию проводят аналогично примеру 1. Получают 1,9 г 55%. Т. кип. 130—132° С (1 мм рт. ст.) n_D^{20} 1,4930, d_4^{20} 1,0982, M_{rD} 63,85, вычислено 64,50.

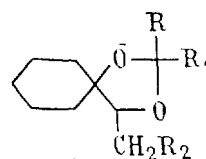
Найдено, %: N 5,78.

$C_{13}H_{25}O_3N$.

Вычислено, %: N 5,81.

Предмет изобретения

Способ получения 1,3-диоксоланов спирального ряда формулы



5

где R и R₁ — атом водорода, алкил или арил;

10

R₂ — алкоксигруппа или группа —N $\begin{matrix} R_3 \\ R_4 \end{matrix}$,

где R₃ и R₄ — атом водорода или алкил, или R₃ и R₄ вместе образуют алкиленовую или гетероалкиленовую цепь, отличающийся тем, что 1-(2-R₂-1-оксиэтил)-1-циклогексанол,

15

где R₂ имеет указанные значения, подвергают взаимодействию с альдегидом и выделяют целевой продукт обычными приемами.

Составитель Р. Караханов

Редактор Л. Емельянова

Техред Л. Акимова

Корректор И. Симкина

Заказ 61/318

Изд. № 1584

Тираж 506

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета Советов Министров СССР
по делам изобретений и открытий
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Тип. Харьк. фил. пред. «Патент»