



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

№ SU (11) 1114672 A

з (50) С 07 С 62/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ВСТУПИЛ В СИЛУ	
13	13
СЫЛАН	

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3592921/23-04

(22) 19.05.83

(46) 23.09.84. Бюл. № 35

(72) А. Г. Юрченко, С. Д. Исаев,
Е. Ф. Новоселов и Г. Г. Жалнина

(71) Киевский ордена Ленина политех-
нический институт им. 50-летия Вели-
кой Октябрьской социалистической
революции

(53) 547.597.07(088.8)

(56) 1. Лантвиев В. И. и др. Синтез
4-замещенных адамантан-1-карбоновых
кислот. Некоторые аминспирты ряда
адамантана и их производных, ЖОХ,
1976, 12, с, 2361-2374 (прототип).

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АДАМАНТАН-
-4-ОН-1-КАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ из адаман-
танона с использованием азотной кис-
лоты, олеума и муравьиной кислоты,
отличающийся тем, что,
с целью упрощения и интенсификации
процесса, адамантанон растворяют
в смеси 61-75%-ной азотной кислоты
и 25-35%-ного олеума при 60-90°C и
затем обрабатывают реакционную
смесь 98-100%-ной муравьиной кисло-
той.

№ SU (11) 1114672 A

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения адамантан-4-он-1-карбоновой кислоты, которая может быть использована в химико-фармацевтической промышленности как промежуточный продукт для получения физиологически активных производных адамантана и кросс-реактивов.

Наиболее близким к предлагаемому является способ получения адамантан-4-он-1-карбоновой кислоты, заключающийся в обработке адамантанона избытком 100%-ной азотной кислоты с последующей обработкой образующегося адамантан-4-он-1-ола муравьиной кислоты в среде 60%-ного олеума при температуре не выше 20°C. Суммарный выход по двум стадиям составляет 50 - 52% [1].

К недостаткам данного способа относятся длительность процесса (77 ч), большие расходы 100%-ной азотной кислоты (1,25 л на 1 моль адамантанона) и 60%-ного олеума (2 л на 1 моль адамантанона).

Цель изобретения - упрощение и интенсификация способа получения адамантан-4-он-1-карбоновой кислоты, уменьшение расхода минеральных кислот, уходящих при обработке в сточные воды.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения адамантан-4-он-1-карбоновой кислоты из адамантанона с использованием азотной кислоты, олеума и муравьиной кислоты адамантанон растворяют в смеси 25 - 35% - ного олеума и 61 - 75% - ной азотной кислоты при 60-90°C и затем обрабатывают реакционную смесь 98-100%-ной муравьиной кислотой.

Это обеспечивает сокращение числа стадий с двух до одной (при со-

ранении суммарного выхода), уменьшение общей продолжительности процесса с 77 до 3 ч, снижение расхода олеума в пересчете на моногидрат более чем в 2 раза и замену 100%-ной азотной кислоты продажной 61-68%-ной при уменьшении ее количества в 8 раз.

Использование более разбавленной азотной кислоты вызывает необходимость использования более концентрированного олеума и увеличения времени процесса, а также уводит в сточные воды азотную и серную кислоту, что в целом усложняет процесс и не обеспечивает поставленной цели.

Пример. К смеси 13 мл 72%-ной азотной кислоты и 133 мл 30%-ного олеума при перемешивании прибавляют 12 г адамантанона. Поднимают температуру до 80°C и при этой температуре и интенсивном перемешивании прибавляют в течение 2 ч 50 мл 99,7%-ной муравьиной кислоты. Смесь выдерживают при этой температуре еще 1 ч, после чего охлаждают и выливают на лед. Выпавший осадок экстрагируют хлористым метиленом (3x100 мл), экстракт промывают 10%-ным раствором едкого натра (2x50 мл). Щелочную вытяжку подкисляют соляной кислотой до pH 3-5 и экстрагируют продукт хлористым метиленом (2x100 мл). Органический слой сушат безводным сульфатом натрия, растворитель отгоняют. Получают 8,1 г (52%) кристаллического осадка целевой адамантан-4-он-1-карбоновой кислоты. Т.пл. 167-169°C (водный метанол); лит.т.пл. 167 - 169°C.

ИК-спектр (KBr), см⁻¹: 1720; 2500-3200.

Таким образом, предлагаемый способ обеспечивает возможность использования доступных исходных реагентов и может быть осуществлен в производственных условиях.

Составитель Г. Андрион

Редактор В.Петраш

Техред А.Ач

Корректор С.Шекмар

Заказ 6699/16

Тираж 409

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

филиал ППП "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная, 4