



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

235186
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 23/46

(22) Přihlášeno 28. 11. 83
(21) [PV 8841-83]

(40) Zveřejněno 17. 09. 84

(45) Vydáno 15. 02. 87

(75)

Autor vynálezu

KYSILKA VLADIMÍR RNDr., MACOUN PETR RNDr., BRNO,
POLÁK VÁCLAV, BÍLOVICE nad Svitavou

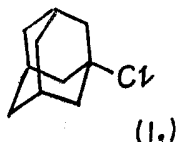
(54) Způsob přípravy 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu

1

1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekan je důležitým meziproduktem pro přípravu derivátů adamantanu, které se používají při přípravě farmaceutických výrobků, mazacích prostředků, polymerů a dalších chemických specialit. Na tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekan se působí chlórem za katalýzy jódem v prostředí kyseliny sírové a methylenchloridu. Po skončení reakce se kyselina sírová odpustí, organická fáze se zredukuje, zneutralizuje a methylenchlorid se oddestiluje. Získá se 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekan ve vysokém výtěžku a čistotě.

2

1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekan wzorce I



Nevýhodou těchto způsobů je velká spotřeba kyseliny chlorsulfonové nebo olea. Při použití t-butylalkoholu je nutný i velký nadbytek chloračního činidla a t-butylalkoholu, které vedou k vedlejším reakcím. Je popsána příprava 1-chlor-tricyklo(3,3,1,^{1,3,7})dekanu chloračí tricyklo(3,3,1,^{1,3,7})dekanu v tetrachlormethanu za katalýzy xenon difluorem [Podkhalyuzin A. T., Khardin A. P.: Patent SSSR č. 491 616]. Dále lze 1-chlor-tricyklo(3,3,1,^{1,3,7})dekan připravit substechiometrickou chloračí tricyklo(3,3,1,^{1,3,7})dekanu chlórem za přítomnosti Lewis kyselin (například chloridu hlinitého) v prostředí inert

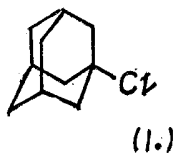
Způsob podle vynálezu je blíže vysvětlen na dále uvedených příkladech jeho provedení.

Suspenze 22,4 g tricyklo[3,3,1,^{1,3,7}]dekanu, 20 ml methylenchloridu, 40 ml 96% kyseliny sírové a 0,8 g jódu byla míchána 1 hodinu a potom bylo při teplotě 22 °C během 120 minut zavedeno 1,1 ekvivalentu chlóru. Reakční směs obsahovala podle analýzy ply-

novou chromatografií 98,5 % 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu. Kyselina sírová byla oddělena a z organické fáze po redukci a neutralizaci byl oddestilován methylenchlorid. S použitím ethanolu bylo získáno 26,0 g 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu o čistotě 99 procent.

Příklad 2

Příprava 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu se provedla podle příkladu 1 s tou výjimkou, že se chlorace provedla při teplotě -5 stupňů Celsia. Bylo získáno 26,1 g 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu o čistotě 99,2 %.



chlorací tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu chlórem za katalýzy jódem, vyznačený tím, že se reakce

Příklad 3

Příprava 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu se provedla podle příkladu 1 s tou výjimkou, že se místo 40 ml 96% kyseliny sírové použilo 40 ml 70% kyseliny sírové. Bylo získáno 26,0 g 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu o čistotě 98,5 %.

Příklad 4

Příprava 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu se provedla podle příkladu 1 s tou výjimkou, že se nepoužil methylenchlorid. Po skončení chlorace obsahovala směs podle analýzy plynovou chromatografií 91,5 % tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu, 6,5 % 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu a 2,0 % 1,3-dichlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy 1-chlor-tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekanu vzorce I

provádí v prostředí kyseliny sírové za přítomnosti methylenchloridu při teplotě -20 až 40 °C.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se kyselina sírová používá v koncentraci 70 až 98 % hmot., methylenchlorid v násadě 120 až 360 % hmot. na předložený tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekan a jód v násadě 2 až 4 % hmot. na předložený tricyklo(3,3,1,1^{3,7})dekan.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se kyselina sírová a methylenchlorid po skončení reakce a po separaci recyklují.