



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 87258

(13) C2

(51) МПК (2009)

C07C 1/00

C07C 13/00

C07B 49/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ 4,4'-D,L-Bi-D₃-ТРИСГОМОКУБІЛУ

1

2

(21) а200902904

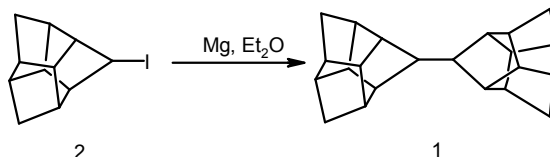
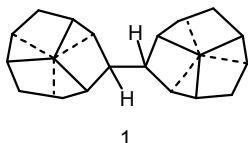
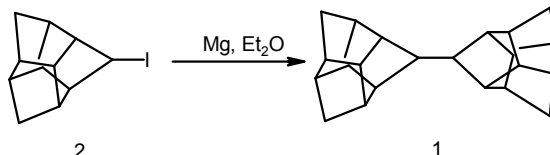
(22) 27.03.2009

(24) 25.06.2009

(46) 25.06.2009, Бюл. № 12, 2009 р.

(72) ЛЕВАНДОВСЬКИЙ ІГОР АНАТОЛІЙОВИЧ,
ГАЙДАЙ ОЛЕКСАНДР ВАСИЛЬОВИЧ, ЧЕРЕНКО-
ВА ОЛЬГА ОЛЕКСАНДРІВНА, ШУБІНА ТЕТЯНА
ЄВГЕНІВНА(73) ЛЕВАНДОВСЬКИЙ ІГОР АНАТОЛІЙОВИЧ,
ГАЙДАЙ ОЛЕКСАНДР ВАСИЛЬОВИЧ, ЧЕРЕНКО-
ВА ОЛЬГА ОЛЕКСАНДРІВНА, ШУБІНА ТЕТЯНА
ЄВГЕНІВНА(56) Watson W. H. et al. meso- and D,L-D₃-
Trishomocubylidene-D₃-trishomocubane oxides andD,L-bi-D₃-trishomocubyl // Acta Crystallographica. -
1992. - Vol. B48, No. 5. - P. 731-737

US 5368662 A, 29.11.1994

(57) Спосіб одержання 4,4'-D,L-Bi-D₃-
трисгомокубілу (1), який відрізняється тим, що
магній піддають взаємодії з 4-йодо-D₃-
трисгомокубаном (2) у концентрованому ефірному
розчині з утворенням 4,4'-D,L-Bi-D₃-трисгомокубілу
(1).Даний винахід стосується органічної хімії, а
саме способу отримання 4,4'-D,L-Bi-D₃-
трисгомокубілу (1)Насичені поліциклічні (каркасні) вуглеводні,
завдяки своїй компактній (і, часто, високонапруженій)
будові можуть бути цікавими насамперед, як
новий клас високоенергетичних та високощільних
палив. D₃-трисгомокубан є унікальним вуглевод-
нем та викликає інтерес завдяки своїй особливій
симетрії. Його похідне 4,4'-D,L-Bi-D₃-трисгомокубіл
може бути ефективним стартовим матеріалом для
створення каталізаторів асиметричного синтезу та
у нанотехнологіях.4,4'-D,L-Bi-D₃-трисгомокубіл був згаданий ли-
ше у 1 джерелі [Watson, William H. Kashyap, Ram P.;
Krawiec, Mariusz; Marchand, Alan P.; Reddy, C.
Madhusudhan; Gadgil, Vijay R. Acta
Crystallographica, B48, 1992, 731], однак у ньому не
було описано спосіб отримання вуглеводню та
його фізикохімічних властивостей окрім даних рен-теноструктурного аналізу. Із змісту статті випли-
ває, що 4,4'-D,L-Bi-D₃-трисгомокубіл було отрима-
но відновленням D₃-трисгомокубілідено-D₃-
трисгомокубанів.Винахід відноситься до способу одержання
4,4'-D,L-Bi-D₃-трисгомокубілу. Винахід відрізняєть-
ся тим, що із 4-йодо-D₃-трисгомокубану взаємоді-
єю з магнієм отримують реактив Гріньяру, який
реагує з надлишком йод-похідного, утворюючи
4,4'-D,L-Bi-D₃-трисгомокубіл.

Приклад 1

Одержання 4,4'-D,L-Bi-D₃-трисгомокубілуУ суху круглодонну колбу місткістю 50мл, обла-
дану магнітною мішалкою зворотнім холодильни-
ком із хлоркальцієвою трубкою та гумовою септою,
завантажують 90мг магнієвої стружки та 15мл аб-
солютного діетилового ефіру. При нагріванні до
температури кипіння та перемішування за допомо-
гою шприца крізь септу повільно додають розчин

(13) C2

(11) 87258

(19) UA

1г 4-йодо-D₃-трисгомокубану у 8мл абсолютного діетилового ефіру. При цьому починається утворення реактиву Гріньяру, розчин мутніє, нагрівання припиняють. Після закінчення додавання йодиду реакційну суміш кип'ятять при перемішуванні на протязі 2-х годин. Охолоджують реакційну масу та при перемішуванні повільно додають 10мл розбавленого розчину соляної кислоти. Відділяють органічний шар, а водний шар екстрагують 2 рази по 5мл діетилового ефіру. Об'єднані органічні шари сушать над сульфатом натрію та відганяють розчинник на роторі. Отримують 400мг 4,4'-D,L-Bi-D₃-

трисгомокубіл із чистотою 98% (GC) у вигляді білих кристалів т. пл. 134-136°C. Вихід 75% від теоретичного.

ПМР (COCl₂): δ 1,39-1,48 (4H m H₁₁, H₇); δ 1.99-2.37 (7 H env H₁, H₂, H₃, H₅, H₈, H₉, H₁₀); δ 2,53 (1 s H₆); 2,60 (1H s H₄).

¹³C ЯМР δ_C 33.02, 33.10, 33.39, 33.45, 40.69, 41.12, 42.73, 42.80, 44.67, 45.06, 46.09, 46.18, 47.04, 47.09, 47.46, 47.47, 47.64, 47.70, 50.38, 51.25, 21.26, 52.12.