



333 488

P A T E N T E
D E
I . N V E N C I O N

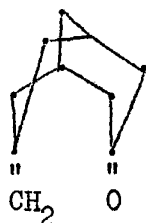
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE LA 7-METILEN-BICICLO
[3.3.1]-NONAN-3-ONA", a favor de la firma J.R. GEIGY, A.G.
residente en BASILEA (Suiza).

= . =

Memoria descriptiva

Este invento se refiere a un nuevo procedimien-
to para la preparación de la 7-metilen-biciclo[3.3.1]nonan-
3-ona, utilizable en particular como producto intermedia-
rio.

5. Se ha descubierto, sorprendentemente, que la
7-metilen-biciclo[3.3.1]nonan-3-ona, de la fórmula I



(I)

5. hasta ahora sólo obtenible por vía complicada, puede prepararse de modo sencillo calentando en recipiente cerrado, a temperatura de 150-250°, y preferentemente de unos 170 a 200°, 1,3-dibromo-adamantano con la solución orgánicoacuosa de una base inorgánica, en particular el hidróxido sódico.
10. En calidad de medio de reacción orgánicoacuoso es apta, por ejemplo, una mezcla en partes iguales de agua y dioxano.

La 7-metilen-biciclo[3,3,1]nonan-3-ona preparable según este invento puede transformarse (por ejemplo, mediante ozonización de manera conocida) en la biciclo[3.3.1]nonan-3,7-diona, la cual constituye a su vez un producto utilizable en muchos aspectos; por ejemplo, para la preparación de análogos de adamantano con un heteroátomo en la posición 2.

20. El ejemplo que sigue explica con más detalle la realización del procedimiento de este invento; pero no constituye en absoluto la única modalidad de realización del mismo y por lo tanto no ha de limitar de ningún modo



el alcance de este invento. Las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

EJEMPLO

- Una solución de 150 g (0,51 moles) de 1,3-
5. dibromo-adamantano (véase G.L. Baugham, J. ORG. Chem. 29, 238-240, 1964) en 1,5 litros de dioxano se calienta a 180° durante 18 horas, junto con 1,5 litros de lejía l-n de sosa cáustica, en una autoclave agitadora de fundición de acero niquelado, lo que hace que se origine una presión de 20 a
10. 25 atmósferas. Después del enfriamiento, se filtra en Hyflo la solución reaccional, de color pardo oscuro, y se elimina del filtrado el dioxano por concentración a 50° y con presión reducida, lo que hace que se precipite la 7-metilen-
15. biciclo[3.3.1]nonan-3-ona. Se extrae el concentrado dos veces con 500 cc de éter cada vez, se lavan con 200 cc de agua fría los extractos etéreos combinados, se los seca sobre sulfato magnésico y se los evapora. La sublimación del residuo a 0,1 Torr de 80° a 10° y la recristalización del sublimado a partir de hexano/pentano dan 52 g de 7-me-
20. tilen-biciclo[3.3.1]nonan-3-ona pura, de punto de fusión 160-164°; rendimiento, 68 %.

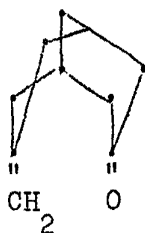
= . =



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 15 906/65 del 18 de Noviembre de 1965.

5. 1. Procedimiento para la preparación de la 7-metilen-biciclo[3.3.1]nonan-3-ona, de la fórmula I



10.

caracterizado por calentarse a temperaturas entre 150 y 250° 1,3-dibromo-adamantano con la solución orgánicoacuosa de una base inorgánica.

15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse hidróxido sódico en calidad de base inorgánica.



3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por efectuarse la reacción a 170-200°.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por efectuarse la reacción en una mezcla de

5. dioxano y agua.

5. Procedimiento para la preparación de la 7-metilen-biciclo[3.3.1]nonan-3-ona.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de cinco hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara,

Madrid, a 17 de Noviembre 1966

p. a.

JAIMÉ ISERN

firmado en el original