

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

114 544

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Int. Cl.²
C07D 211/94

Zgłoszono: 26.06.76 (P. 217511)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 05.05.80

Opis patentowy opublikowano: 31.05.1982

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Miejscowość i data

Twórcy wynalazku: Romuald Skowroński, Janusz Skolimowski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Łódzki, Instytut Chemii,
Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania nowego rodnika nitroksylowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowego rodnika nitroksylowego o wzorze 1. Połączenie to wykazuje typowe własności paramagnetyczne i w związku z tym – charakterystyczną stałą rozszczepienia azotu a_N (tryplet od 1,5 do 1,6 mT), obserwowaną w roztworach o stężeniu 10^{-4} mola/dm³ przy badaniach metodą elektronowego rezonansu paramagnetycznego. Wskazana wyżej własność pozwala na stosowanie omawianego związku w badaniach medycznych, biochemicznych i biofizycznych.

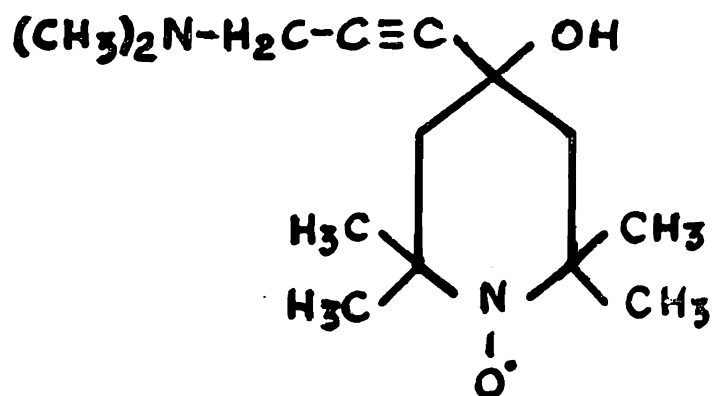
Sposobem według wynalazku poddaje się 4-etynylo-2,2,6,6-tetrametylopiperydynol-4-oksyl-1 o wzorze 2 reakcji z dwumetyloaminometanolem w obecności chlorku miedziawego w środowisku 1,4-dioksanu. Otrzymuje się 4-/3-dwumetyloaminopropynylo-/2,2,6,6-tetrametylopiperydynol-4-oksyl-1 o określonych wyżej własnościach.

Sposób według wynalazku ilustruje następujący przykład, w którym stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza:

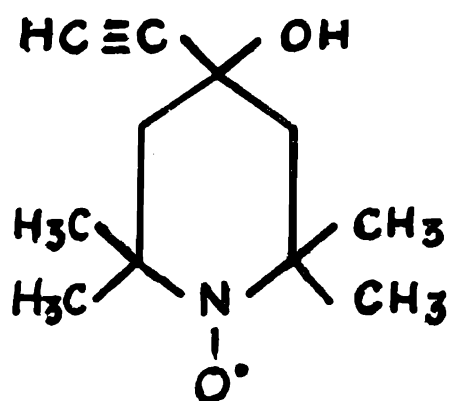
Przykład. 9 części wagowych 4-etynylo-2,2,6,6-tetrametylopiperydynol-4-oksylu-1 rozpuszcza się w 100 częściach objętościowych 1,4-dioksanu i dodaje do uzyskanego roztworu 0,5 części wagowych chlorku miedziawego i 12 części objętościowych dwumetyloaminometanolu. Masę reakcyjną miesza się w temperaturze 18–20°, odstawia i dodaje 10 części objętościowych stężonej wody amoniakalnej. Roztwór ekstrahuje się eterem i osusza ekstrakt węglanem potasowym. Po oddestylowaniu eteru otrzymuje się 4-/3-dwumetyloamino-propynylo-/2,2,6,6-tetrametylopiperydynol-4-oksyl-1 w postaci ciemnoczerwonego oleju. Po przekrystalizowaniu z heksanu otrzymuje się produkt w postaci różowego krystalicznego proszku o temperaturze topnienia 98–100°. Wydajność procesu wynosi 85%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowego rodnika nitroksylowego o wzorze 1, znamienny tym, że 4-etynylo-2,2,6,6-tetrametylopiperydynol-4-oksyl-1 o wzorze 2 poddaje się reakcji z dwumetyloaminometanolem w obecności chlorku miedziawego w środowisku 1,4-dioksanu.



WZOR 1



WZOR 2