

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **235331**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **419799**

(22) Data zgłoszenia: **14.12.2016**

(51) Int. Cl.

C07D 307/94 (2006.01)

C11B 9/00 (2006.01)

(54) **1-(Bromometylo)-8-tert-butylo-2-oksaspiro[4.5]dekan-3-on i sposób jego wytwarzania**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

03.01.2018 BUP 01/18

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

29.06.2020 WUP 08/20

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA WROCŁAWSKA, Wrocław, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:

STANISŁAW LOCHYŃSKI, Wrocław, PL

AGATA KOZIOŁ, Wrocław, PL

MATEUSZ JASNOWSKI, Słubice Lubuskie, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Anna Meissner

PL 235331 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest 1-(bromometylo)-8-*tert*-butylo-2-oksaspiro[4.5]dekan-3-on znajdujący zastosowanie w przemyśle kosmetycznym i spożywczym jako związek zapachowy.

Przedmiotem wynalazku jest również sposób wytwarzania 1-(bromometylo)-8-*tert*-butylo-2-oksaspiro[4.5]dekan-3-onu.

Dotychczas nie jest znany z literatury związek będący przedmiotem wynalazku oraz sposób jego wytwarzania.

Istotą rozwiązania według wynalazku jest 1-(bromometylo)-8-*tert*-butylo-2-oksaspiro[4.5]dekan-3-on o wzorze 1.

Istotą rozwiązania według wynalazku jest również sposób wytwarzania 1-(bromometylo)-8-*tert*-butylo-2-oksaspiro[4.5]dekan-3-onu o wzorze 1, który polega na tym, że (4-*tert*-butylo-1-etenylcykloheks-1-yl)octan etylu poddaje się zmodyfikowanej reakcji bromolaktonizacji, przy czym reakcję prowadzi się w temperaturze pokojowej w obecności *N*-bromoimid kwasu bursztynowego, tetrahydrofuranu i wody aż do momentu całkowitego przereagowania estru, a następnie oddestylowuje się rozpuszczalniki.

Korzystnie surowy produkt oczyszcza się za pomocą chromatografii kolumnowej typu, gdzie eluentem jest heksan : izopropanol : aceton : octan etylu w stosunku 60:5:3:1.

Przedmiot wynalazku został bliżej przedstawiony w przykładzie jego wykonania, wzorem strukturalnym oraz schematem rysunku.

Przykład 1

W kolbie o pojemności 50 ml, zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne, oraz zabezpieczonej przed dostępem wilgoci umieszcza się 0,252 g (1,0 mmol) (4-*tert*-butylo-1-etenylcykloheks-1-yl)octanu etylu, 5,5 ml THF-u i 2 ml H₂O. Po 10 minutach do mieszaniny dodaje się 0,44 g (24,72 mmol) *N*-bromoimid kwasu bursztynowego. Utworzoną mieszaninę miesza się 22 godziny, w temperaturze pokojowej, kontrolując przebieg reakcji za pomocą chromatografii TLC w eluencie heksan : izopropanol : aceton : octan etylu w stosunku 60:5:3:1. Reakcję prowadzi się do momentu całkowitego przereagowania estru. Po zakończeniu reakcji do mieszaniny dodaje się 5 ml Et₂O i fazę wodną ekstrahuje się 4 x 7 ml Et₂O. Połączone ekstrakty przemywa się dwukrotnie nasyconym NaHCO₃ i H₂O. Warstwę organiczną osusza się bezwodnym MgSO₄. Po osuszeniu, środek suszący odfiltrowuje się, a rozpuszczalniki odparowuje na wyparce rotacyjnej. Otrzymuje się 0,83 g surowego produktu. Surowy produkt oczyszcza się za pomocą błyskawicznej chromatografii kolumnowej stosując eluent heksan : izopropanol : aceton : octan etylu w stosunku 60:5:3:1. W wyniku oczyszczania otrzymuje się 0,110 g związku, który jest 1-(bromometylo)-8-*tert*-butylo-2-oksaspiro[4.5]dekan-3-onem, co stanowi 36% wydajności tej reakcji.

Wzór sumaryczny: C₁₄H₂₃BrC₂

Masa molowa: 303,2352

$[\alpha]_D^{22} = -9,7^\circ$ (c = 1,0, CH₃OH)

HRMS (TOF MS ES+) obliczone dla [C₁₄H₂₃BrO₂] 303,0881, znaleziono 303,0861

IR (ATR, cm⁻¹): 2989 (vs), 2864 (vs), 1727 (vs), 1273 (vs), 1123 (m), 1072 (m), 694 (m).

¹H NMR (600 MHz, CDCl₃, δ, ppm): 1.15 (s, 9H, przy C-12, C-13, C-14), 1.18 – 1.21 (m, 2H, przy C-6 i C-10), 1.20 – 1.23 (m, 1H, przy C-8), 1.33 – 1.38 (m, 2H, przy C-7 i C-9), 1.41 – 1.47 (m, 2H, przy C-6 i C-10), 1.76 – 1.83 (m, 2H, przy C-7 i C-9), 1.99 (d, *J* = 5.6 Hz, 1H, przy C-4), 2.12 (d, *J* = 5.0 Hz, 1H, przy C-4), 3.42 (dd, *J* = 7.5, 4.3 Hz, 1H, przy C-15), 3.69 (dd, *J* = 7.4, 4.1 Hz, 1H, przy C-15), 4.30 (t, *J* = 7.0 Hz, 1H, przy C-1).

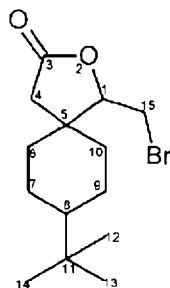
¹³C NMR (150 MHz, CDCl₃, δ, ppm): 20.25 (C-7 i C-9), 22.89 (C-12, C-13, C-14), 26.39 (C-6 i C-10), 29.00 (C-15), 29.60 (C-11), 35.44 (C-4), 38.88 (C-5), 42.39 (C-8), 68.16 (C-1), 167.77 (C-3).

Zastrzeżenia patentowe

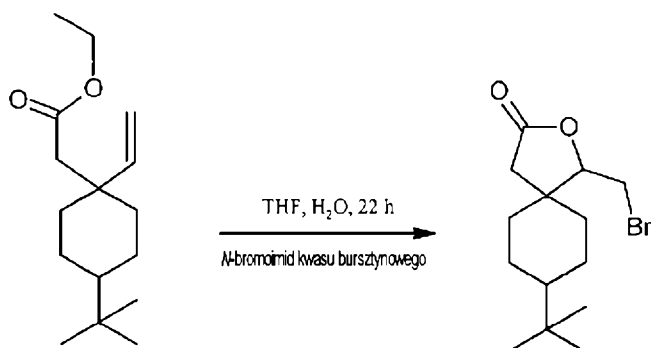
- 1-(bromometylo)-8-*tert*-butylo-2-oksaspiro[4.5]dekan-3-onem o wzorze 1.
- Sposób wytwarzania 1-(bromometylo)-8-*tert*-butylo-2-oksaspiro[4.5]dekan-3-onu o wzorze 1 **znamienny tym**, że (4-*tert*-butylo-1-etenylcykloheks-1-yl)octan etylu poddaje się zmodyfikowanej reakcji bromolaktonizacji, przy czym reakcję prowadzi się w temperaturze pokojowej w obecności *N*-bromoimid kwasu bursztynowego, tetrahydrofuranu i wody, aż do momentu całkowitego przereagowania estru, po czym oddestylowuje się rozpuszczalniki.

3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że surowy produkt oczyszcza się za pomocą chromatografii kolumnowej typu, gdzie eluentem jest heksan : izopropanol : aceton : octan etylu w stosunku 60:5:3:1.

Rysunek



Wzór 1



SCHEMAT REAKCJI