

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

114 549

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 26.06.76 (P. 217512)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 05.05.80

Opis patentowy opublikowano: 31.05.1982

Int. Cl².

C07D 211/94

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Pl. G. Piłsudskiego 1

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, a także — do badania zmian kinetyki i struktury polimerów.

Ponadto stwierdzono, że wprowadzenie omawianego połączenia do środowiska reakcji polimeryzacji lub polikondensacji powoduje podwyższenie stabilności na światło i poprawę własności termicznych uzyskiwanych produktów.

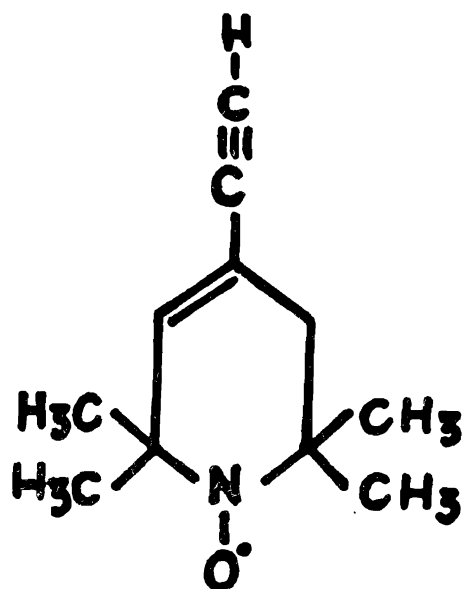
Sposobem według wynalazku poddaje się 4-etynylo-2,2,6,6-tetrametylopiperydynol-4-oksyl-1 o wzorze 2 reakcji z tlenochlorkiem fosforu w środowisku pirydyny. Otrzymuje się 4-etynylo-2,2,6,6-tetrametylo-1,2,5,6-tetrahydropirydynooksylo-1 o określonych wyżej własnościach.

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

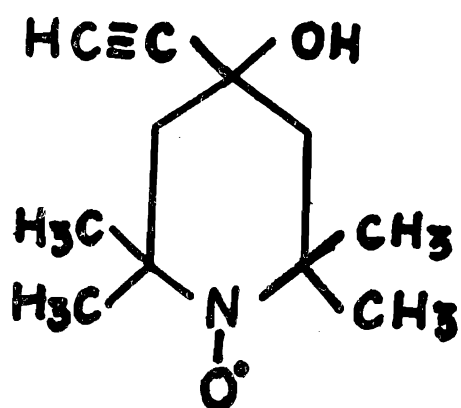
Przykład. Do roztworu 2,5 części wagowych 4-etynylo-2,2,6,6-tetrametylo- piperydynol-4-oksylu-1 w 25 częściach objętościowych pirydyny, oziębionego do temperatury 0°, wkrapla się 28 części objętościowych tlenochlorku fosforu, hydrolizuje całość lodem i ekstrahuje eterem. Ekstrakt suszy się siarczanem magnezu i oddestylowuje eter. Otrzymuje się 4-etynylo- 2,2,6,6-tetrametylo-1,2,5,6-tetrahydropirydynooksylo-1 w postaci długich pomarańczowych igieł o temperaturze topnienia 45,5–46,5° w zatopionej kapilarze, lotnych i o zapachu kamfory.

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 tlenochlorkiem fosforu w środowisku pirydyny.



WZOR 1



WZOR 2