

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **241187**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **432400**

(22) Data zgłoszenia: **24.12.2019**

(51) Int.Cl.

C07D 303/22 (2006.01)

C07C 251/42 (2006.01)

A61Q 13/00 (2006.01)

(54) **(EZ, 2EZ)-3,7-dimetylo-N-(oksiran-2(RS)-ylometoksy)okta-2,6-dien-1-imina
i sposób jej wytwarzania**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
28.06.2021 BUP 13/21

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
22.08.2022 WUP 34/22

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA WROCŁAWSKA, Wrocław, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:

DANIEL STRUB, Wrocław, PL

STANISŁAW LOCHYŃSKI, Wrocław, PL

MARIA BŁASZCZYK, Kalisz, PL

ALICJA SUROWIAK, Kalisz, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Anna Meissner

PL 241187 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest (*EZ*, *2EZ*)-3,7-dimetylo-*N*-(oksiran-2(*RS*)-ylometoksy)okta-2,6-dien-1-imina będąca pochodną acyklicznego terpenu oksymu 3,7-dimetylookta-2,6-dienalu i posiadająca właściwości zapachowe.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania (*EZ*, *2EZ*)-3,7-dimetylo-*N*-(oksiran-2(*RS*)-ylometoksy)okta-2,6-dien-1-iminy.

(*EZ*, *2EZ*)-3,7-dimetylo-*N*-(oksiran-2(*RS*)-ylometoksy)okta-2,6-dien-1-imina będąca terpenoidową pochodną, przedstawiono wzorem 1, nie została dotychczas opisana w literaturze.

Istotą rozwiązania według wynalazku jest (*EZ*, *2EZ*)-3,7-dimetylo-*N*-(oksiran-2(*RS*)-ylometoksy)okta-2,6-dien-1-imina o wzorze 1.

Istotą rozwiązania według wynalazku jest również sposób wytwarzania (*EZ*, *2EZ*)-3,7-dimetylo-*N*-(oksiran-2(*RS*)-ylometoksy)okta-2,6-dien-1-iminy będąca terpenoidową pochodną o wzorze 1 polega na tym, że oksym 3,7-dimetylookta-2,6-dienalu poddaje się reakcji *O*-alkilowania epichlorohydryną, przy czym reakcję prowadzi się w kolbie na mieszadle magnetycznym w obecności dimetylosulfotlenku jako rozpuszczalnika przez 24 godziny, a po zakończeniu reakcji rozcieńcza się mieszaninę reakcyjną wodą destylowaną i umieszcza się całość w rozdzielaczu, następnie mieszaninę ekstrahuje się trzykrotnie heksanem i tak połączone warstwy organiczne suszy się bezwodnym siarczanem magnezu, następnie odfiltruje się środek suszący i odparowuje rozpuszczalniki, a surowy produkt oczyszcza się za pomocą frakcyjnej destylacji próżniowej.

Rozwiązanie według wynalazku jest przedstawione w przykładzie wykonania oraz na schemacie reakcji i określona wzorem.

Przykład

W kolbie jednoszyjnej, okrągłodennej o pojemności 250 ml umieszczono 5 g (28,9 mmol) oksymu 3,7-dimetylookta-2,6-dienalu i 40 ml dimetylosulfotlenku.

Kolbę umieszcza się na mieszadle magnetycznym i dodaje małymi porcjami 1,06 g (44,31 mmol) wodoru sodu. Po całkowitym wydzieleniu się wodoru do mieszaniny reakcyjnej wkrapla się 5,47 g (59,08 mmol, 4,64 ml) epichlorohydryny. Po upływie 24 h stwierdza się całkowite przereagowanie substratu. Mieszaninę reakcyjną rozcieńcza się około 120 ml wody destylowanej i umieszcza w rozdzielaczu. Mieszaninę reakcyjną trzykrotnie ekstrahuje się 40 ml heksanu. Połączone warstwy organiczne suszy się bezwodnym siarczanem magnezu. Po osuszeniu, odfiltruje się środek suszący, a rozpuszczalniki odparowuje na wyparce rotacyjnej. Otrzymuje się 9 g surowego produktu. Surowy produkt oczyszcza się za pomocą frakcyjnej destylacji próżniowej, w wyniku której otrzymuje się 4,1 g czystej (*EZ*, *2EZ*)-3,7-dimetylo-*N*-(oksiran-2(*RS*)-ylometoksy)okta-2,6-dien-1-iminy, co stanowi 64% wydajności.

Produkt otrzymany według przykładu posiada następujące właściwości fizyczne i spektralne:
 $T_w = 128^\circ\text{C}$; zapach ziołowo-cytrynowy

IR (ATR, ν_{max} , cm^{-1}): 2967 (br), 2128 (w), 1647 (m), 1467 (m), 1380 (s), 1025 (s)

^1H NMR (600 MHz, CDCl_3): δ_{H} 0.96-0.98 (3H, m); 1.62 i 1.71 (6H, 2x s); 1.84 i 1.89 (3H, 1:1, 2x s); 2.12-2.30 (4H, m); 2.67-2.69 i 2.86-2.88 (2H, 2x m); 3.26-3.30 (1H, m); 4.00-4.09 i 4.27-4.34 (2H, 2x m); 5.09-5.13 (1H, m); 5.93 (0.8H, pseudo t, $^3J_{\text{HH}}$ 9.3 Hz); 6.48 (0.2H, d, $^3J_{\text{HH}}$ 10.8 Hz); 7.31-7.34 (0.4H, m); 8.07 i 8.10 (0.6H, 1:1, 2x d, $^3J_{\text{HH}}$ 10.8 Hz)

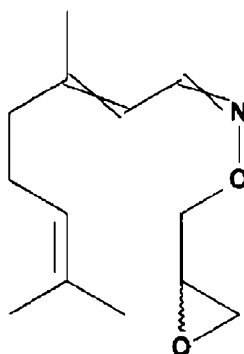
^{13}C NMR (CDCl_3 , 150 MHz): δ_{C} 17.12, 17.23, 24.27 i 24.41; 17.70, 17.73, 25.65 i 25.68; 26.13, 26.25, 26.76, 26.83, 32.67, 32.79, 40.07 i 40.28; 44.83, 44.85 i 44.86; 50.16, 50.18, 50.37; 74.43, 74.44, 74.66 i 74.67; 113.5, 114.3, 117.7 i 118.6; 123.0, 123.1 i 123.3; 132.2, 132.3, 132.7 i 132.8; 148.2; 145.2, 145.5, 148.3 i 148.6

HRMS (TOFMS EI) m/z obliczone dla $[\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{NO}_2]$ 223.1572, znaleziono 223.1566

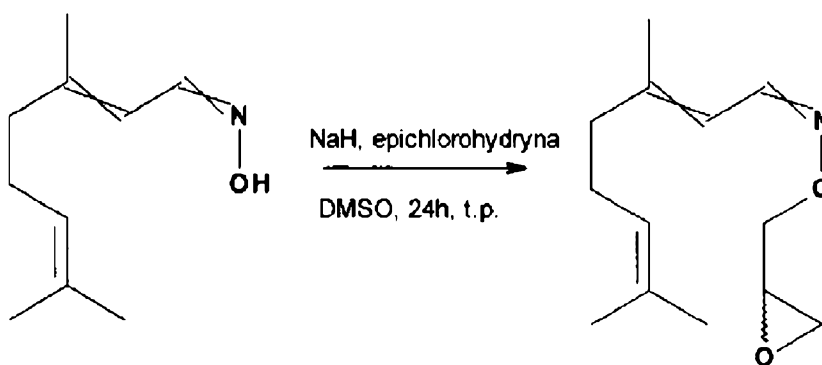
Zastrzeżenia patentowe

1. (*EZ*, *2EZ*)-3,7-dimetylo-*N*-(oksiran-2(*RS*)-ylometoksy)okta-2,6-dien-1-imina o wzorze 1 mającą zastosowanie jako środek zapachowy.
2. Sposób wytwarzania (*EZ*, *2EZ*)-3,7-dimetylo-*N*-(oksiran-2(*RS*)-ylometoksy)okta-2,6-dien-1-iminy będącą terpenoidową pochodną o wzorze 1 **znamienny tym**, że oksym 3,7-dimetylookta-2,6-dienalu poddaje się reakcji *O*-alkilowania epichlorohydryną, przy czym reakcję prowadzi się w kolbie na mieszadle magnetycznym w obecności dimetylosulfotlenku jako rozpuszczalnika przez 24 godziny, a po zakończeniu reakcji rozcieńcza się mieszaninę reakcyjną, wodą destylowaną i umieszcza się całość w rozdzielaczu, następnie mieszaninę ekstrahuje się trzykrotnie heksanem i tak połączone warstwy organiczne suszy się bezwodnym siarczanem magnezu, następnie odfiltrowuje się środek suszący i odparowuje rozpuszczalniki, a surowy produkt oczyszcza się za pomocą frakcyjnej destylacji próżniowej.

Rysunki



WZÓR 1



SCHEMAT REAKCJI