

RZECZPOSPOLITA  
POLSKA



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **240178**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **432404**

(22) Data zgłoszenia: **24.12.2019**

(51) Int.Cl.

**C07C 251/32 (2006.01)**

**C07C 251/48 (2006.01)**

**C07C 43/02 (2006.01)**

**C07C 49/04 (2006.01)**

**A61K 8/40 (2006.01)**

**C11B 9/00 (2006.01)**

(54) **Eter *n*-propylowy oksymu 3-metoksybenzaldehydu i sposób jego wytwarzania**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

**28.06.2021 BUP 13/21**

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

**28.02.2022 WUP 09/22**

(73) Uprawniony z patentu:

**POLITECHNIKA WROCŁAWSKA, Wrocław, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**DANIEL STRUB, Wrocław, PL**

**ALICJA SUROWIAK, Kalisz, PL**

**WOJCIECH KOŁODYŃSKI, Wrocław, PL**

(74) Pełnomocnik:

**rzecz. pat. Anna Meissner**

**PL 240178 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest eter *n*-propylowy oksymu 3-metoksybenzaldehydu będący pochodną aromatyczną oksymu 3-metoksybenzaldehydu i posiadający właściwości zapachowe.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania eteru *n*-propylowego oksymu 3-metoksybenzaldehydu.

Eter *n*-propylowy oksymu 3-metoksybenzaldehydu będący aldoksymową pochodną przedstawiono wzorem 1., nie został dotychczas opisany w literaturze.

Istotą rozwiązania według wynalazku jest eter *n*-propylowy oksymu 3-metoksybenzaldehydu o wzorze 1.

Istotą rozwiązania według wynalazku jest również sposób wytwarzania eteru *n*-propylowego oksymu 3-metoksybenzaldehydu będącego aldoksymową pochodną o wzorze 1. polegający na tym, że oksym 3-metoksybenzaldehydu poddaje się reakcji *O*-alkilowania jodkiem *n*-propylu, 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 całość w rozdzielaczu, następnie mieszaninę ekstrahuje się trzykrotnie heksanem, a połączone warstwy organiczne suszy się bezwodnym siarczanem magnezu, następnie odfiltruje się środek suszący i odparowuje rozpuszczalniki i surowy produkt oczyszcza się za pomocą frakcyjnej destylacji próżniowej.

Korzystnie kontroluje się przebieg reakcji przy użyciu chromatografii gazowej.

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

### Przykład

W kolbie jednoszyjnej, okrągłodennej o pojemności 250 ml umieszczono 5 g (33 mmol) oksymu *m*-aldehydu anyżowego, 40 ml dimetylosulfotlenku. Kolbę umieszcza się na mieszadle magnetycznym i dodaje małymi porcjami 0,95 g (39,6 mmol) wodoru sodu. Po całkowitym wydzieleniu się wodoru do mieszaniny reakcyjnej wkrapla się 10,0 g (59,08 mmol) jodku *n*-propylu. 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 4,3 g surowego produktu. Surowy produkt oczyszcza się za pomocą frakcyjnej destylacji próżniowej, w wyniku której otrzymuje się czysty eter *O*-propylowy oksymu 3-metoksybenzaldehydu.

Produkt otrzymany według przykładu posiada następujące właściwości fizyczne i spektralne:

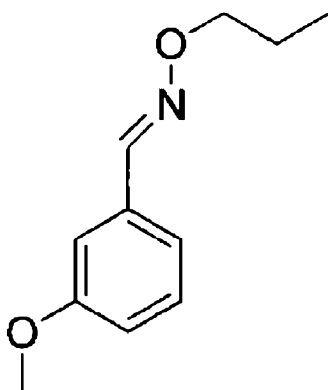
$^1\text{H NMR}$  (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 0.97 (t,  $J = 7.4$  Hz 3H at C-11); 1.73 (sext,  $J = 7.2$  Hz 2H at C-10); 4.11 (t,  $J = 6.6$  Hz, 2H at C-9); 6.89–6.92 (m, 1H at C-4); 7.10–7.12 (m, 1H at C-5); 7.15–7.16 (m, 1H at C-2); 7.25–7.29 (m, 1H at C-6); 8.03 (s, 1H at C-7).

$^{13}\text{C NMR}$  (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 9.89 (C-11), 22.65 (C-10), 55.55 (C-8), 69.46 (C-9), 110.3 (C-2), 116.5 (C-4), 120.3 (C-5), 129.5 (C-6), 133.4 (C-1), 148.1 (C-7), 159.5 (C-3).

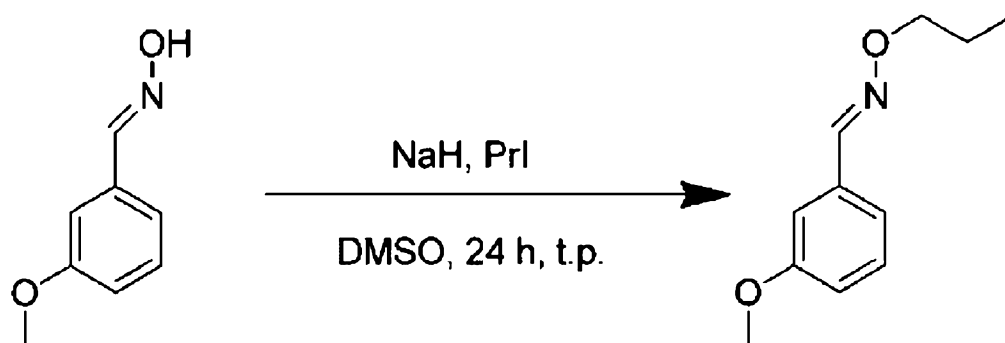
## Zastrzeżenia patentowe

1. Eter *O*-propylowy oksymu 3-metoksybenzaldehydu będący aldoksymową pochodną o wzorze 1.
2. Sposób wytwarzania eteru *n*-propylowego oksymu 3-metoksybenzaldehydu będącego aldoksymową pochodną o wzorze 1, **znamienny tym**, że oksym 3-metoksybenzaldehydu poddaje się reakcji *O*-alkilowania jodkiem *n*-propylu, 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 całość w rozdzielaczu, następnie mieszaninę ekstrahuje się trzykrotnie heksanem, a połączone warstwy organiczne suszy się bezwodnym siarczanem magnezu, następnie odfiltruje się środek suszący i odparowuje rozpuszczalniki i surowy produkt oczyszcza się za pomocą frakcyjnej destylacji próżniowej.
3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że kontroluje się przebieg reakcji przy użyciu chromatografii gazowej.

## Rysunki



## WZÓR 1



## SCHEMAT REAKCJI