

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

51840

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 13.VII.1964 (P 105 176)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.IX.1966

Kl. 12 q, 13

MKP C 07 c

131/02

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: mgr Jerzy Wolf, mgr Ryszard Polanowski,
mgr Marta Krajewska

Właściciel patentu: Instytut Farmaceutyczny, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania nowych 0-podstawionych pochodnych oksymów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych 0-podstawionych pochodnych oksymów o wzorze ogólnym 1, w którym R_1 i R_2 mogą być jednakowe lub różne i oznaczają wodór, grupę alkilową lub arylową, n oznacza zero lub dowolną liczbę całkowitą począwszy od 1, R_3 oznacza grupę arylową, aryloksylową lub ich pochodne.

Główna cecha charakterystyczna budowy tych związków polega na tym, że mają one przy jednym węglu w łańcuchu nienasyconą grupę aminoksylową, a przy sąsiednim grupę hydroksylową. Związki te dotychczas nie opisane wykazują działanie fizjologiczne.

Sposobem według wynalazku wyżej wymienione związki wytwarza się przez kondensację pochodnych oksymów o wzorze ogólnym 2, w którym R_1 i R_2 mają wyżej podane znaczenie z epitlenkami o wzorze ogólnym 3, w którym R_3 i n mają wyżej podane znaczenie.

Reakcję prowadzi się w obecności katalitycznych ilości zasady nieorganicznej lub organicznej takiej jak wodorotlenek sodu lub potasu, piperydyna, trójetyloamina lub też bez katalizatorów, w środowisku rozpuszczalników organicznych rozpuszczających dane substraty takich jak alkohol alifatyczny, dioksan lub tetrahydrofuran. Reakcję kondensacji korzystnie prowadzi się w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika organicznego. Otrzymany produkt kondensacji wydziela się po oddestylowaniu rozpuszczalnika stanowiącego środowisko re-

2

akcji i ewentualnie oczyszcza na drodze destylacji lub krystalizacji z rozpuszczalników organicznych np. alkoholu etylowego.

Przykład I. 12 g 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu w 200 ml alkoholu etylowego ogrzewano z 14,4 g oksymu p-nitroacetofenonu i 1,6 ml trójetyloaminy w ciągu 1 godziny do wrzenia. Po oddestylowaniu rozpuszczalnika pozostałość wykrystalizowano z alkoholu etylowego. Otrzymano 1-(α -metylo-p-nitrobenzylodenoaminoksy)-2-oksy-3-fenoksypropan o temperaturze topnienia 75—76°. W analogiczny sposób przebiega kondensacja 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu z oksymem p-nitroacetofenonu przy stosowaniu dioksanu jako środowiska reakcji.

Przykład II. 3 g 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu w 20 ml alkoholu etylowego ogrzewano z 1,46 g acetoksymu i 0,5 ml piperydyny w ciągu 2 godzin do wrzenia. Po oddestylowaniu rozpuszczalnika pozostałość oczyszczono przez destylację próżniową. Czysty 1-izopropylidenoaminoksy-2-oksy-3-fenoksypropan zbierano jako frakcję wrzącą w temperaturze 120—130° przy ciśnieniu 0,5 mm Hg. W analogiczny sposób przebiega kondensacja 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu z acetoksymem przy stosowaniu tetrahydrofuranu jako środowiska reakcji.

Przykład III. 1,2 g tlenku styrenu ogrzewano w 25 ml izopropanolu z 1,8 g oksymu p-nitroacetofenonu i 0,2 ml trójetyloaminy w ciągu 5 godzin do wrzenia. Następnie postępowano jak w

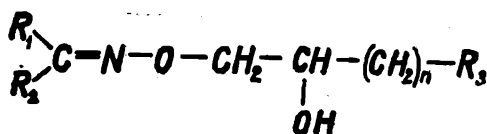
przykładzie I. Otrzymano 1-(α -metylo-p-nitrobenzylidenoaminoksy)-2-oksy-fenylotan o temperaturze topnienia 80—81°.

Przykład IV. 0,6 g 4'-(1,2-epoksy-3-propoksy)-chalkonu w 15 ml alkoholu etylowego ogrzewano z 0,34 g oksymu p-nitroacetofenonu i 0,2 ml 10 procentowego alkoholowego roztworu wodorotlenku sodowego 1 godzinę do wrzenia. Po oziębieniu zobojętniono roztwór przez dodanie alkoholowego roztworu chlorowodoru i po odsączeniu wydzielonego chlorku sodowego postępowano następnie jak w przykładzie I. Otrzymano 4'-[(1-metylo-1-p-nitrobenzylidenoaminoksy)-2-oksy-3-propoksy]-chalkon o temperaturze topnienia 106—109°.

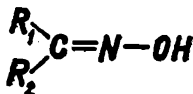
Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowych 0-podstawionych pochodnych oksymów o wzorze ogólnym 1, w któ-

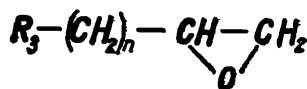
rym R_1 i R_2 mogą być jednakowe lub różne i oznaczają wodór, grupę alkilową, arylową, n oznacza zero lub dowolną liczbę począwszy od 1, a R_3 oznacza grupę arylową, aryloksylową lub ich pochodne, **znamienny tym**, że pochodne oksymów o wzorze ogólnym 2, w którym R_1 i R_2 mają wyżej podane znaczenie kondensuje się z epitlenkami o wzorze ogólnym 3, w którym R_3 i n mają wyżej podane znaczenie, w środowisku rozpuszczalników organicznych takich jak alkohol alifatyczny, dioksan lub tetrahydrofuran, ewentualnie w obecności katalitycznych ilości zasady nieorganicznej lub organicznej, takiej jak wodorotlenek sodu lub potasu, piperydyna, trójetyloamina, korzystnie w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika organicznego, po czym otrzymany produkt reakcji wydziela się po oddestylowaniu rozpuszczalnika i ewentualnie oczyszcza na drodze destylacji lub krystalizacji z rozpuszczalników organicznych np. alkoholu etylowego.



Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3

Dokonano jednej poprawki

