Invenția se referă la elaborarea procedeului de sinteză a 12-hidroperoxi-8α,12-epoxi-11-bishomodrimanului (2) – intermediar valoros pentru obținerea compuşilor sesquiterpenici drimanici biologic activi şi a unor triterpenoide – din 11-bishomodriman-8α-ol-12-onă (1).

Este cunoscută metoda de obținere a 12-hidroperoxi-8α,12-epoxi-11-bishomodrimanului (2) (randament 75%) la tratarea acestuia cu acid pertrifluoracetic, preparat in situ din anhidrida acidului trifluoracetic şi peroxid de hidrogen de 50% în prezența de bicarbonatului de sodiu în soluție de clorură de metilen [1]. Însă această metodă de sinteză a 12-hidroperoxi-8α,12-epoxi-11-bishomodrimanului are un şir de dezavantaje ce constau în:

- decurgerea neuniformă a reacției, ce rezultă în formarea unui amestec de hidroperoxid scontat (2) şi 11-monoacetat al driman-8α,11-diolului (3);
- necesitatea izolării hidroperoxidului (2) din amestecul reacțional prin cromatografiere pe coloană;
- randamentul mediocru (75%) al hidroperoxidului (2);
- utilizarea reactanților şi solventului relativ costisitori şi toxici (anhidridă trifluoracetică, clorură de metilen, peroxid de hidrogen de 50%).

Problema pe care o rezolvă invenția constă în perfecționarea şi tehnologizarea metodei de sinteză a 12-hidroperoxi-8α,12-epoxi-11-bishomodrimanului (2) din 11-bishomodriman-8α-ol-12-onă (1) prin simplificarea radicală a procedeului de sinteză, datorită eliminării reactanților costisitori şi toxici şi asigurării unui randament practic cantitativ al produsului reacției.

S-a elaborat o metodă foarte eficientă şi simplă de preparare a 12-hidroperoxi-8α,12-epoxi-11-bishomodrimanului (2) din 11-bishomodriman-8α-ol-12-onă (1) care constă în tratarea la temperatura camerei a soluției alcoolice a hidroxicetonei (1) cu soluție de peroxid de hidrogen de 30% în prezența acidului acetic ca catalizator.

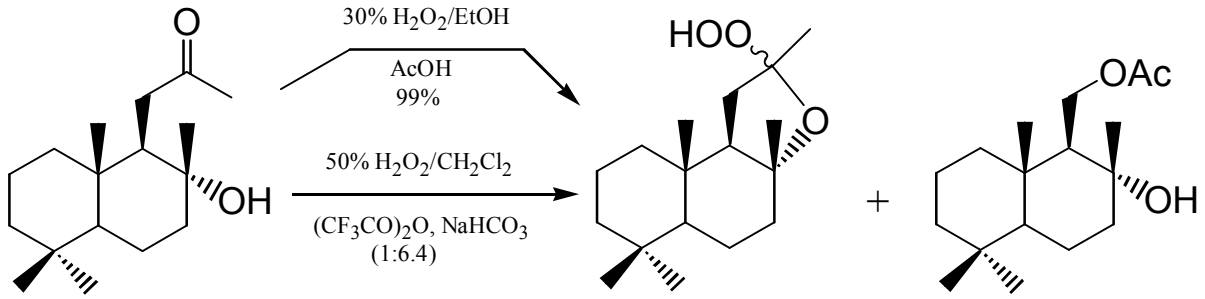
Produsul reacției se sedimentează sub formă cristalină pe măsura formării prin filtrare, spălare cu apă şi uscare în aer la temperatura camerei până la masă constantă. Produsul obținut este destul de pur şi nu necesită recristalizări. Randament 99%. El reprezintă un amestec de epimeri β şi α la centrul chiralic C-12 în raport de 1:4 (datele spectroscopiei RMN).

Avantajele invenției în raport cu metoda anterioară:

1. Obținerea în urma reacției a unui singur produs, a celui scontat, cu randament practic cantitativ;
2. Creşterea randamentului produsului reacției cu 24%;
3. Excluderea reactantului şi solventului toxici şi costisitori;
4. Simplitatea procedeului de izolare a produsului reacției;
5. Obținerea produsului reacției în stare suficient de pură, ce exclude necesitatea unei purificări suplimentare;
6. Accesibilitatea tehnologică a procedeului.

În continuare se dă un exemplu de realizare a invenției.

La soluția a 1 g (3,54 mmol) de 11-bishomodriman-8α-ol-12-onă în 20 ml etanol se adaugă la temperatura de 24°C, 20 ml peroxid de hidrogen de 30% (0,2 mol) şi 7 ml (0,12 mol) acid acetic. Soluția obținută se menține la aceeaşi temperatură 30 min, apoi se adaugă 200 ml apă şi soluția rezultantă se lasă la aceeaşi temperatură pe 2 ore până la finisarea cristalizării produsului reacției (2), care se filtrează, se spală cu apă (10 ml x 3), se usucă în aer liber la temperatura camerei până la masă constantă. Se obțin 1,057 g (randament 99%) de 12-hidroperoxi-8α,12-epoxi-11-bishomodriman (2), t. top. 139…140°C.



(1) (2) (75%) (3) (24%)