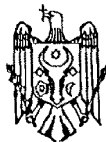




MD 2639 G2 2004.12.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat  
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **2639** <sup>(13)</sup> **G2**  
(51) **Int. Cl.**<sup>7</sup>: C 07 B 41/14;  
C 07 C 409/20;  
C 07 D 307/92

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. depozit: a 2003 0048 (22) Data depozit: 2003.02.14	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2004.12.31, BOPI nr. 12/2004
(71) Solicitant: INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A REPUBLICII MOLDOVA, MD (72) Inventatori: VLAD Pavel, MD; CUCICOVA Caleria, MD; ARÎCU Aculina, MD (73) Titular: INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A REPUBLICII MOLDOVA, MD	

(54) **Procedeu de obținere a 12-hidroperoxi-8 $\alpha$ ,12-epoxi-11-bishomodrimanului din 11-bishomodriman-8 $\alpha$ -ol-12-onă**

(57) **Rezumat:**

1  
Invenția se referă la chimie și anume la sinteza unui compus intermediar pentru obținerea compușilor drimanici și triterpenoidelor biologic active.

Procedeu constă în aceea că soluția alcoolică de 11-bishomodriman-8 $\alpha$ -ol-12-onă se tratează cu

2  
5 peroxid de hidrogen de 30%, în prezența acidului acetic, în calitate de catalizator, la temperatura camerei, cu izolarea ulterioară a produsului obținut.

Revendicări: 1

10

MD 2639 G2 2004.12.31

# MD 2639 G2 2004.12.31

3

## Descriere:

Invenția se referă la elaborarea procedurii de sinteză a 12-hidroperoxi-8 $\alpha$ ,12-epoxi-11-bishomodrimanului (2) – intermediar valoros pentru obținerea compușilor sesquiterpenici drimaniici biologic activi și a unor triterpenoide – din 11-bishomodriman-8 $\alpha$ -ol-12-onă (1).

- 5 Este cunoscută metoda de obținere a 12-hidroperoxi-8 $\alpha$ ,12-epoxi-11-bishomodrimanului (2) (randament 75%) la tratarea acestuia cu acid pertrifluoracetic, preparat *in situ* din anhidrida acidului trifluoracetic și peroxid de hidrogen de 50% în prezența bicarbonatului de sodiu în soluție de clorură de metilen [1]. Însă această metodă de sinteză a 12-hidroperoxi-8 $\alpha$ ,12-epoxi-11-bishomodrimanului are un șir de dezavantaje ce constau în:
- 10 - decurgerea neuniformă a reacției, ce rezultă în formarea unui amestec de hidroperoxid scontat (2) și 11-monoacetat al driman-8 $\alpha$ ,11-diolului (3);
- necesitatea izolării hidroperoxidului (2) din amestecul reacțional prin cromatografiere pe coloană;
- randamentul mediu (75%) al hidroperoxidului (2);
- 15 - utilizarea reactanților și solventului relativ costisitori și toxici (anhidridă trifluoracetică, clorură de metilen, peroxid de hidrogen de 50%).

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

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

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

Avantajele invenției în raport cu metoda anterioară:

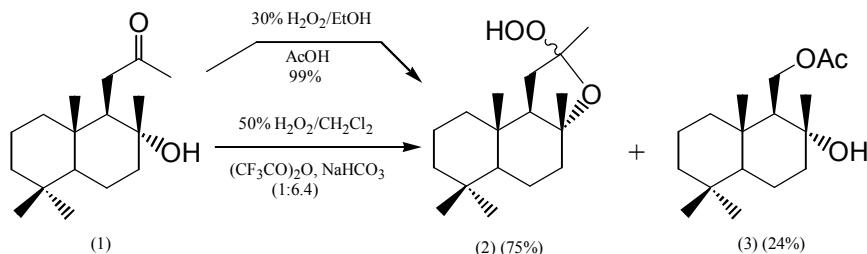
- 30 1. Obținerea în urma reacției a unui singur produs, a celui scontat, cu randament practic cantitativ;
2. Creșterea randamentului produsului reacției cu 24%;
3. Excluderea reactantului și solventului toxici și costisitori;
4. Simplitatea procedurii de izolare a produsului reacției;
- 35 5. Obținerea produsului reacției în stare suficient de pură, ce exclude necesitatea unei purificări suplimentare;

6. Accesibilitatea tehnologică a procedurii.

În continuare se dă un exemplu de realizare a invenției.

40 La soluția a 1 g (3,54 mmol) de 11-bishomodriman-8 $\alpha$ -ol-12-onă în 20 ml etanol se adaugă la temperatura de 24°C, 20 ml peroxid de hidrogen de 30% (0,2 mol) și 7 ml (0,12 mol) acid acetic. Soluția obținută se menține la aceeași temperatură 30 min, apoi se adaugă 200 ml apă și soluția rezultantă se lasă la aceeași 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 masa constantă. Se obțin 1,057 g (randament 99%) de 12-hidroperoxi-8 $\alpha$ ,12-epoxi-11-bishomodriman (2), t. top. 139...140°C.

45



# MD 2639 G2 2004.12.31

4

## (57) Revendicare:

5       Procedeu de obținere a 12-hidroperoxi-8 $\alpha$ ,12-epoxi-11-bishomodrimanului din 11-bishomodriman-8 $\alpha$ -ol-12-onă, **caracterizat prin aceea că** soluția alcoolică de 11-bishomodriman-8 $\alpha$ -ol-12-onă se tratează cu peroxid de hidrogen de 30% în prezența acidului acetic, la temperatura camerei, cu izolarea ulterioară a produsului obținut.

10

## (56) Referințe bibliografice:

1. K.I. Kuchkova, Y.M. Chumacov, Y.A. Simonov, G. Bocelli, A.A. Panasenco, P.F. Vlad, Synthesis, 1997, N 9, p. 1045-1048

**Director-adjunct  
Departament:**

JOVMIR Tudor

**Examinator:**

EGOROVA Tamara

**Redactor:**

CANȚER Svetlana