



MD 3889 B1 2009.04.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **3889** ⁽¹³⁾ **B1**
(51) Int. Cl.: *C07B 35/06* (2006.01)
C07C 13/48 (2006.01)
C07C 49/21 (2006.01)
C07C 35/36 (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată în termen de 6 luni de la data publicării	
(21) Nr. depozit: a 2008 0134 (22) Data depozit: 2008.05.19	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2009.04.30, BOPI nr. 4/2009
(71) Solicitant: INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD (72) Inventatori: CUCICOVA Caleria, MD; ARÎCU Aculina, MD; VLAD Pavel, MD; BARBĂ Alic, MD (73) Titular: INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD	

(54) **Procedeu de obținere a 11-bishomodrim-8(9)-en-12-unei**

(57) **Rezumat:**

1
Invenția se referă la domeniul chimiei, și anume la un procedeu de obținere a 11-bishomodrim-8(9)-en-12-unei, compus intermediar pentru obținerea sesqui- și terpenoidelor superioare.

Procedeu include interacțiunea soluției de 11-bishomodriman-8 α -ol-12-onă în acetonitril cu trimetilsililmetansulfonat în raport echivalent de 1:5,

2
5 soluția obținută se menține la temperatura camerei și se agită continuu până la terminarea reacției conform controlului cromatografic, apoi produsul se extrage și se purifică.

Randamentul produsului fiind de 80%.
Revendicări: 1

10

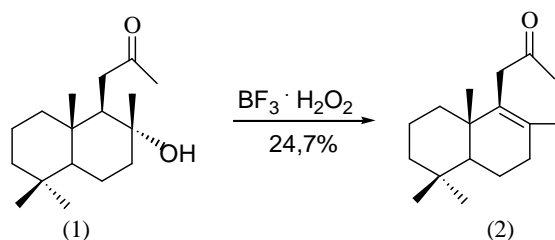
MD 3889 B1 2009.04.30

Descriere:

Invenția se referă la domeniul chimiei, și anume la un procedeu de obținere a 11-bishomodrim-8(9)-en-12-unei, compus intermediar pentru obținerea sesqui- și terpenoidelor superioare.

5 Este cunoscut procedeu de preparare a 11-bishomodrim-8(9)-en-12-unei (2) din hidroxicetona (1) la tratarea acesteia cu complexul peroxidului de hidrogen de 93,6% și eteratul trifluorurii de bor la temperatura de 25°C [1].

Dezavantajele acestui procedeu de preparare a 11-bishomodrim-8(9)-en-12-unei constau în obținerea unui amestec complex de substanțe, din care compusul cheie poate fi izolat doar prin cromatografiere pe o coloană cu silicagel impregnat cu azotat de argint, care este destul de costisitor; randamentul mic al compusului (2) (24,7%) la deshidratarea hidroxicetonei (1); utilizarea oxidantului ce se obține din eteratul trifluorurii de bor și peroxidul de hidrogen de 93,6% ce prezintă pericol de explozie.

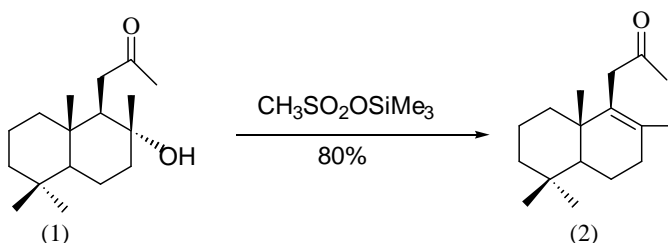


15 Problema pe care o rezolvă invenția revendicată constă în perfecționarea procedurii de sinteză și izolare a 11-bishomodrim-8(9)-en-12-unei (2) din hidroxicetona (1), mărirea randamentului 11-bishomodrim-8(9)-en-12-unei, eliminarea necesității de utilizare a complexului peroxidului de hidrogen de 93,6% cu eteratul trifluorurii de bor, ce prezintă pericol de explozie, și a silicagelului impregnat cu azotat de argint, care este destul de costisitor.

20 Esența invenției constă în aceea că procedeu include interacțiunea soluției de 11-bishomodriman-8α-ol-12-onă în acetonitril cu trimetilsilmetansulfonat în raport echivalent de 1:5, soluția obținută se menține la temperatura camerei și se agită continuu până la terminarea reacției conform controlului cromatografic, apoi produsul se extrage și se purifică.

25 Rezultatul invenției este elaborarea unui procedeu mai eficient și mai simplu de preparare a 11-bishomodrim-8(9)-en-12-unei (2) din hidroxicetona (1).

30 Produsul reacției se diluează cu apă, se extrage cu eter dietilic, iar extractul eteric se spală cu soluție de bicarbonat și apă până la neutralizare, se usucă pe sulfat de sodiu anhidru. După filtrare și evaporarea solventului în vid, produsul obținut se cromatografiază pe o coloană cu silicagel, randamentul reacției fiind de 80%.



35 Avantajele invenției în raport cu cea mai apropiată soluție :

1. Creșterea randamentului 11-bishomodrim-8(9)-en-12-unei de trei ori.
2. Excluderea reagentului ce prezintă pericol de explozie.
3. Simplificarea relativă a procedurii de izolare a produsului prin excluderea silicagelului impregnat cu azotat de argint.

40

Exemplu de realizare a invenției

La soluția (100 mg, 0,375 mmol) de hidroxicetonă (1) în (1 ml) acetonitril se adaugă (0,3 ml, 1,942 mmol) trimetilsilmetansulfonat ($\text{CH}_3\text{SO}_2\text{OSiMe}_3$). Soluția obținută se menține la temperatura camerei (18 °C) la agitare până la terminarea reacției (10 min) (controlul prin cromatografiere în strat subțire). La soluție se adaugă apă (5 ml) și eter dietilic (15 ml). După o agitare intensă extractul se separă, se spală cu soluție de NaHCO_3 (3 x 2 ml), cu apă (3 x 2 ml), se usucă cu sulfat de sodiu

45

MD 3889 B1 2009.04.30

4

anhidru, se filtrează și eterul se distilează în vid. Reziduul (94 mg) se dizolvă într-o cantitate minimă de hexan și se cromatografiază pe o coloană cu (1,88 g) silicagel L 100/400. Cu amestecul hexan-eter (49:1) se eluează (75 mg) 11-bishomodrim-8(9)-en-12-onă (2).

IR, cm^{-1} : 1353, 1719.

5 ^1H RMN (CDCl_3): 0,81 (3H, s, $\text{C}_{10}\text{-CH}_3$); 0,87 (3H, s, $\text{C}_4\text{-CH}_3$); 0,89 (3H, s, $\text{C}_4\text{-CH}_3$); 1,48 (3H, s, $\text{C}_{12}\text{-CH}_3$); 2,13 (3H, s, $\text{CH}_3\text{-CO}$); 3,11 (2H, s, $\text{C}_{11}\text{-H}_2$).
10 ^{13}C RMN (CDCl_3): 18,89 (C(2)); 19,85 (C(15)); 20,21 (C(12)); 21,60 (C(14)); 23,72 (C(6)); 29,19 (C(17)); 33,09 (C(13)); 33,47 (C(7)); 36,49 (C(11)); 38,46 (C(4)); 39,14 (C(10)); 41,49 (C(1)); 43,31 (C(3)); 51,36 (C(5)); 129,66 (C(8)); 134,62 (C(9)); 207,78 (C(16)).

(57) Revendicări:

15 Procedeu de obținere a 11-bishomodrim-8(9)-en-12-unei care include interacțiunea soluției de 11-bishomodriman-8 α -ol-12-onă în acetonitril cu trimetilsililmetansulfonat în raport echivalent de 1:5, soluția obținută se menține la temperatura camerei și se agită continuu până la terminarea reacției conform controlului cromatografic, apoi produsul se extrage și se purifică.

20

(56) Referințe bibliografice:

1. Влад П.Ф., Крышталь Г.В., Лазурьевский Г.В. Журнал общей химии, 1967, том. 37, вып. 10, с. 2187-2190

Șef Secție:

GROȘU Petru

Examinator:

EGOROVA Tamara

Redactor:

LOZOVANU Maria