



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

238 467

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 05 09 83  
(21) PV 6461-83

(51) Int. Cl.  
C 07 D 307/58

(40) Zveřejněno 19 11 84  
(45) Vydáno 01 10 87

(75)  
Autor vynálezu

JONAS JAROSLAV RNDr. CSc., BRNO

(54) Způsob přípravy soli (E)-3-(hydroxymethylen)-  
dihydro-2(3H)-furanonu

Předmětem vynálezu je příprava sodné soli (E)-3-(hydroxymethylen)-dihydro-2(3H)-furanonu. Sodná sůl (E)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu se podle vynálezu připravuje tak, že se sodná sůl 3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu, rozpustí ve vodě nebo dimethylsulfoxidu nebo dimethylformamidu a rozpouštědlo se odstraní odpařením nebo zeotropní destilací.

# Opravy ve vytištěných popisech vynálezu

Ve vytištěném popisu vynálezu k autorskému osvědčení č. 238 467  
( 6461-83) je chybně vytištěn název.

Správně: Způsob přípravy sodné soli (E)-3-(hydroxymethylen)-  
dihydro-2(3H)-furanonu

TSK  
2.12.1987

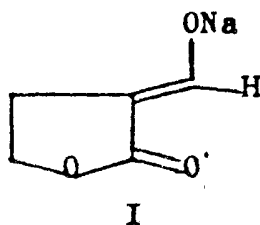
238 467

Předmět vynálezu se týká <sup>způsobu</sup> přípravy sodné soli (E)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu.

Sodná sůl 3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu, připravená poprvé Kortem a Machleidtem (Ber.Deut.Chem.Ges. 88, 1684 (1955)), je reaktivní nukleofilní činidlo, jehož četné reakce jsou popsány v literatuře. Vzhledem k nevyjasněné konfiguraci této soli vznikají při jejích reakcích obvykle směsi (E) a (Z)-isomerů, kde poměr isomerů ve směsi není dobře reprodukovatelný.

Nyní bylo zjištěno (Jonas J.: Coll.Czech. Chem. Commun.- v tisku), že sodná sůl 3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu existuje v roztocích pouze ve formě (E)-isomeru a tuto formu lze z roztoků kvantitativně vyisolovat. Sodná sůl (E)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu byla charakterisována <sup>13</sup>C NMR spektry v pevné fázi a IR spektry v nujolu.

Podle vynálezu byla nalezena příprava čisté sodné soli (E)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu vzorce I,



která umožňuje použít k nukleofilním reakcím konfiguračně čistou sloučeninu I a dovoluje připravit čisté deriváty (E)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu, na př. sulfonáty nebo karboxyláty. Sloučeninu vzorce I lze připravit rozpuštěním sodné soli 3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu na př. ve vodě nebo v dimethylsulfoxidu nebo v dimethylformamidu a odstraněním rozpouštědla oddestilováním nebo azeotropním oddestilováním.

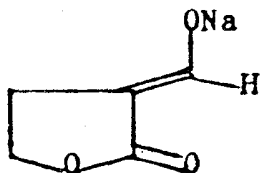
#### Příklad

Sodná sůl 3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu byla rozpuštěna ve vodě nebo v dimethylsulfoxidu nebo v dimethylformamidu. Vzniklý roztok sodné soli (E)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu lze přímo použít k reakcím nebo sloučeninu vzorce I vyisolovat v pevném stavu odpařením rozpouštědla za atmosferického nebo sníženého tlaku nebo azeotropní destilací. Sodná sůl (E)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu vykazuje signály  $^{13}\text{C}$  při NMR v pevném stavu při 180,9, 175,7, 92,2, 25,1 a 64,8 ppm vzhledem k tetramethylsilanu jako vnitřnímu standardu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

238 467

Způsob přípravy sodné soli (E)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu vzorce I



(I);

vyznačený tím, že se sodná sůl 3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu rozpustí ve vodě nebo dimethylsulfoxidu nebo dimethylformamidu a rozpouštědlo se odstraní odpařením nebo azeotropní destilací.