



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

253313

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 D 307/60

(22) Přihlášeno 05 09 83

(21) PV 2562-84

(40) Zveřejněno 16 04 87

(45) Vydáno 15 06 88

(75)

Autor vynálezu

JONAS JAROSLAV RNDr. CSc., BRNO

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

Předmětem řešení je způsob přípravy sodné soli (Z)-3-(hydromethylen)dihydro-2(3H)-furanonu. Sodná sůl (Z)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2-(3H)-furanonu se podle vynálezu připravuje tak, že se na gama-butyrolakton a mravenčan ethylnatý působí silnou bází, např. sodíkem nebo hydridem sodným nebo alkoholátem sodným, při teplotách -10 až -30 °C. Sodná sůl (Z)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2-(3H)-furanonu je reaktivní nukleofilní činidlo, umožňující připravit čisté deriváty (Z)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu.

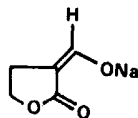
Předmět vynálezu se týká způsobu přípravy sodné soli (Z)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu.

Sodná sůl (Z)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu, připravená poprvé Kortem a Machleidtem (Ber. Deut. Chem. Ges. 88, 1 684 (1955)), je reaktivní nukleofilní činidlo, jehož četné reakce jsou popsány v literatuře. Vzhledem k nevyjasněné konfiguraci této sodné soli vznikají při jejích reakcích obvykle směsi (E)- a (Z)-isomerů, kde (Z)-isomery jsou zastoupeny málo a poměr isomerů není reprodukovatelný.

Nyní bylo zjištěno (Jonas J.: Coll. Czech. Chem. Commun. - v tisku), že sodná sůl 3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu je polymerní látka, jejíž polymorfie úzce souvisí s geometrickou isomerií na dvojné vazbě C=C. Podle literatury připravená sodná sůl se vylučuje jako směsná modifikace (E+Z) a podléhá přeměně na stabilní modifikaci (E).

Isomery sodné soli byly charakterizovány ^{13}C NMR spektry a IR spektry v nujolu a byl nalezen způsob přípravy modifikace (Z), která obsahuje pouze čistý isomer sodné soli (Z)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu, z něhož lze připravit čisté deriváty (Z)-konfigurace.

Podle vynálezu byl nalezen způsob přípravy čisté sodné soli (Z)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu vzorce I,



(I)

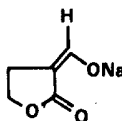
kteřá umožňuje použít k nukleofilním reakcím konfiguračně čistou sloučeninu I a dovoluje připravit čisté deriváty (Z)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu, např. sulfonáty nebo karboxyláty. Sloučeninu vzorce I lze připravit reakcí gama-butyrolaktonu s mravenčanem ethylnatým za přítomnosti silné báze, např. sodíku nebo hydridu sodného nebo alkoholátu sodného za teplot -10 až -30 °C.

P ř í k l a d 1

K suspenzi 3,5 g sodíku nebo 3,6 g hydridu sodného nebo 10,2 g ethanolátu sodného v 50 ml diethyléru byl za míchání při chlazení na -10 až -30 °C po dobu 6 hodin přikapáván roztok 13 g gama-butyrolaktonu a 12 g mravenčanu ethylnatého ve 40 ml diethyléru. Vyloučená sodná sůl (Z)-3-(hydroxymethylen)dihydro-2(3H)-furanonu vzorce I (95-100 %) byla buď ihned použita k reakcím, nebo uschovávána bez izolace jako éterická suspenze při -30 až -75 °C.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

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



vyznačený tím, že se na gama-butyrolakton a mravenčan ethylnatý působí silnou bází, např. sodíkem nebo hydridem sodným nebo alkoholátem sodným při teplotách -10 až -30 °C.