

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

238929

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 D 307/58

/22/ Přihlášeno 02 01 84

/21/ PV 37-84

(40) Zveřejněno 15 05 85

(45) Vydáno 16 03 87

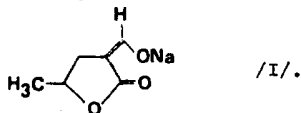
(75)

Autor vynálezu

JONAS JAROSLAV RNDr. CSc., BRNO, MAZAL CTIBOR RNDr., OTNICE

(54) Způsob přípravy sodné soli (Z)-3-(hydroxymethylen)-5-methyldihydro-2(3H)-furanonu

Způsob přípravy sodné soli (Z)-3-(hydroxymethylen)-5-methyldihydro-2(3H)-furanonu vzorce I,



Tato sůl se podle vynálezu připravuje tak, že se na gama-valerolakton a mravenčan ethylnatý působí kovovým sodíkem nebo hydridem sodným nebo alkoholátem sodným za nízké teploty.

Sodná sůl (Z)-3-(hydroxymethylen)-5-methyldihydro-2(3H)-furanonu je reaktivní nukleofilní činidlo, umožňující připravit čisté deriváty (Z)-3-(hydroxymethylen)-5-methyldihydro-2(3H)-furanonu.

Předmět vynálezu se týká způsobu přípravy sodné soli /Z/-3-/hydroxymethylen/-5-methyldihydro-2/3H/-furanonu.

Sodná sůl 3-/hydroxymethylen/-5-methyldihydro-2/3H/-furanonu, poprvé bez izolace připravená v r. 1959 /Korte F., Büchel H., Scharf D., Zschocke A.: Chem. Ber. 92, 884 /1959// a poprvé izolovaná v r. 1977 /Vaidya A. R., Gogte V. N., Tilak B. D.: Indian J. Chem. 15B, 403 /1977//, je reaktivní nukleofilní činidlo.

Bylo zjištěno, /Mazal C., Rothová V., Jonas J.: Coll. Czech. Chem. Commun./, že podle literatury připravovaná sodná sůl 3-/hydroxymethylen/-5-methyldihydro-2/3H/-furanonu je směsí /E/- a /Z/-izomerů, jejichž vzájemný poměr závisí na způsobu přípravy, délce a teplotě skladování a obsahu vlhkosti, je tedy funkcí historie vzorku.

Oba izomery byly charakterizovány fyzikálně-chemickými údaji a reakcemi s halogenidy sulfonových a karboxylových kyselin.

Nyní byl nalezen jednoduchý způsob přípravy /Z/-izomeru sodné soli 3-/hydroxymethylen/-5-methyldihydro-2/3H/-furanonu vzorce I,



který umožňuje použít k reakcím pouze jediný geometrický izomer a tak dovoluje připravit čisté deriváty /Z/-3-/hydroxymethylen/-5-methyldihydro-2/3H/-furanonu. Sloučenina vzorce I se připraví tak, že se na gama-valerolakton vzorce II



a mravenčan ethylnatý působí bazí zvolenou ze souboru zahrnujícího sodík nebo hydrid sodný nebo alkoholát sodný při vzájemném molárním poměru gama-valerolakton : mravenčan ethylnatý : base rovném 1 : 1 až 2 : 1 při teplotě -10 až -30 °C.

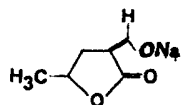
P ř í k l a d

K suspenzi 1 g sodíku v 30 ml diethyletheru bylo přidáno 0,1 ml ethanolu a poté za míchání a chlazení na -15 až -25 °C byl postupně přikapáván roztok 4,5 g gama-valerolaktonu a 3,5 g mravenčanu ethylnatého ve 25 ml diethyletheru po dobu 5 hodin.

Vyloučená suspenze sodné soli /Z/-3-/hydroxymethylen/-5-methyldihydro-2/3H/-furanonu vzorce I /75 %/ [infračervené spektrum v nujolu : silné pásy při 777 a 790 cm⁻¹] byla buď ihned použita k reakcím nebo uschovávána při -30 °C.

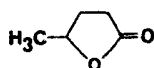
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy sodné soli /Z/-3-/hydroxymethylen/-5-methyldihydro-2/3H/-furanonu
vzorce I



/I/

vyznačený tím, že se na gama-valerolakton vzorce II



/II/

a mravenčan ethylnatý působí bazí zvolenou ze souboru zahrnujícího sodík nebo hydrid sodný
nebo alkoholát sodný při vzájemném molárním poměru gama-valerolakton : mravenčan ethylnatý :
: baze rovném 1 : 1 až 2 : 1 při teplotě -10 až -30 °C.