

4-(邻苯二甲酰亚胺) 丁基醋酸酯制备的工艺改进

(浙江医科大学药系, 杭州310031)

单达先 陈启琪 汤谷平

摘要 由4-氯-n-丁基醋酸酯和邻苯二甲酰亚胺在碘化钾催化下直接合成4-(邻苯二甲酰亚胺)丁基醋酸酯, 收率为75%。

关键词 4-氯-n-丁基醋酸酯 4-(邻苯二甲酰亚胺)丁基醋酸酯 Gabriel合成法 4-氨基丁醇-1

4-(邻苯二甲酰亚胺)丁基醋酸酯(Ⅲ)是合成4-氨基丁醇-1的中间体, 通常由氯代丁醇醋酸酯(Ⅰ)与NaI经卤素交换得到碘代丁醇醋酸酯后与邻苯二甲酰亚胺(Ⅱ)反应

而得^[1,2]。文献方法步骤多, 且NaI价格昂贵。本文直接由(Ⅰ)在少量KI催化下与(Ⅱ)反应得到(Ⅲ), 收率75%。本方法简单, 价廉, 步骤少, 收率较高。合成路线如下。



氯代正丁醇醋酸酯(Ⅰ)195 g (1.3 mol), 无水Na₂CO₃ 90 g (0.85 mol), KI 1 g, 邻苯二甲酰亚胺(Ⅱ)100 g (0.68 mol)混合, 搅拌, 加热至160℃反应7小时, 反应结束后, 用200 ml CHCl₃稀释, 水洗涤(3 × 200 ml), 水层用CHCl₃(2 × 100 ml)提取, 合并有机层, 水浴蒸去CHCl₃, 再减压蒸去多余的(Ⅰ), 残留液冷却到70℃, 加入95%乙

醇150 ml, 冷却后结晶析出, 抽滤, 干燥后得产物134 g, mp 58~60℃(文献值59.5℃), 元素分析: 测得值: C 64.59, H 5.94, N 5.27; 计算值: C 64.35, H 5.79, N 5.39。

参 考 文 献

- [1] Barlow R B: J Chem. Soc. 1951, 2225
- [2] 方树青等: 中国医药工业杂志, 1990, 21:77

Synthesis of 4-Phthalimidobutyl Acetate

Shan Daxian Chen Qiqi Tang Guping

Depart. of Pharmacy of Zhejiang Medical Univ. 310031

Abstract

The title compound was directly prepared. from 4-chloro-n-butyl acetate and phthalimide catalyzed by KI with 75% yield.

Key words 4-chloro-n-butyl acetate, 4-phthalimidobutyl acetate, 4-aminobutanol, Gabriel's phthalimide synthesis.