

实 验 部 分

1 仪器与试剂

PYE-UNICAMSP3-3001R 红 外 分 析 仪, HP5988A GC-MS 质谱仪, WRS-1 数字熔点仪, BTEAC 相转移催化剂自制, 其余试剂均为化学纯。

2 实验方法 在装有温度计、搅拌器、冷凝器和滴液漏斗的反应瓶中加入乙酰乙酸乙酯 30 g (0.23 mol) 和 40% NaOH 水溶液 300 ml, 搅拌下加入相转移催化剂 BTEAC 4 g, 滴加含 3,5-二苯甲氧基苯甲酰氯 70 g (0.20 mol) 的苯溶液 500 ml。在 90°C 下反应 ~8 h, 直至 GLC 跟踪无(3)为止, 冷至室温, 静止分出碱水层, 苯层减压浓缩至无苯馏出为

止。加入 5% KOH 水溶液 40 ml, 回流 20 h, 冷至室温, 过滤, 滤饼用乙醇精制, 得(I), 收率 50~55%, mp. 60.5~62°C (未校正) (文献^[2] 60~62°C), IR 与结构相符, MS m/z 332 (M^+)。

参 考 文 献

- 1 Joel Mass, Eliane Parayre, Christian Warolin, et al. Synthese de composés silylés dérivés du resorcinol, C. R. Hebd Seauce Acad Sci, Ser C, 1976, 282(10), 473(Fr)
- 2 Wetterlin K and Svensson L. A. Orally active bronchospasmolytic compounds, US 1977:4011258, CA 1977, 86:189477a
- 3 Reckit and Colman of India Ltd. 3,5-Dialkoxyaceto-phenone. Indian 1985:155653, CA 1986, 105, 78655y

收稿日期: 1995—12—28