

聚乙二醇相转移催化合成水杨酸苯酯类化合物的研究*

周石洋^{1,2}, 杨善彬^{1,2}, 郭香琴^{1,2}

(1. 重庆师范大学 化学学院; 2. 重庆师范大学 制剂工程研究所, 重庆 401331)

摘要:【目的】建立一种简单、高效的合成水杨酸苯酯类化合物。【方法】以便宜的水杨酸类化合物为起始原料,在二氯亚砷条件下发生酰化反应,再在聚乙二醇作为相转移催化剂、氢氧化钠作为缚酸剂的环境中发生酯化反应,最终合成目标产物。【结果】合成出来的水杨酸苯酯类化合物的化学结构均经¹H NMR、¹³C NMR、IR、MS等方法进行了确证。【结论】本合成方法的底物适用范围广、合成产率高、操作简单。

关键词:酰化;酯化;水杨酸苯酯

中图分类号: O625.54

文献标志码: A

文章编号: 1672-6693(2017)01-0090-05

水杨酸苯酯类化合物是一类重要的精细化工产品,广泛应用于食品、化妆品、医药、塑料、农药等多种领域,或直接使用,或作有机合成中间体^[1]。水杨酸苯酯(1a)和水杨酸对甲苯酯(1b)用作食品防腐剂,塑料的光吸收剂、稳定剂,也用作医药制药和用于有机合成,还用来制香料。水杨酸-4-叔丁基苯酯(1c)用于食品包装塑料的光吸收剂、抗氧化剂、增塑剂等^[2-3]。水杨酸对硝基苯酯(1d)是种重要有机合成中间体,是合成利胆酚的中间体^[4]。水杨酸对氯苯酯(1e)和邻乙酰水杨酸苯酯(1f)用于有机合成,主要用于聚氯乙烯、聚乙烯等塑料的光吸收剂、光稳定剂,另外还可应用在食品、化妆品等多种领域^[5-8]。贝诺酯(1g)一新型的消炎、解热、镇痛、治疗风湿病的药物,具有阿司匹林与扑热息痛两种药物共同药效。非那米柳(1h)是一种治疗结核病药,在医药上应用广泛。水杨酸苯酯类化合物合成方法很多,并且各类物质的合成方法也不同,如有的采用直接羧酸跟酚类发生酯化反应合成,也有的采用分解反应合成相应的物质;但总体产率不高,各方法没有通用性。本课题组通过对水杨酸苯酯类化合物结构的深入研究,参考相关合成文献^[9-11],采用羧酸在二氯亚砷条件下先发生酰化反应,再在碱性条件下跟相应的酚类物质合成水杨酸苯酯类化合物。本课题组用该方法,以水杨酸(2a),乙酰水杨酸(2b),和4-氨基水杨酸(2c)合成出了8种重要的水杨酸苯酯类化合物。该合成工艺流程简单,操作方便,原料便宜,反应条件温和,收率较高。水杨酸苯酯类化合物的合成路线如图1所示。

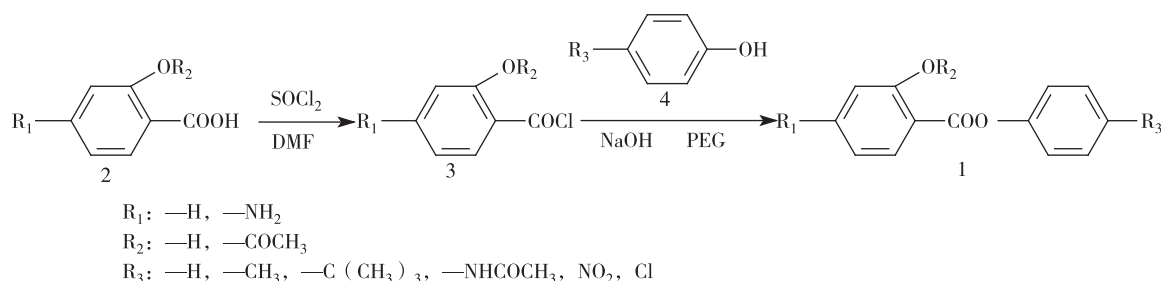


图1 水杨酸苯酯类化合物的合成路线

Fig. 1 Synthetic route of phenyl salicylates compound

* 收稿日期:2016-03-04 修回日期:2016-11-23 网络出版时间:2017-01-12 11:34

资助项目:重庆市社会民生科技创新专项(No. cstc2015shmszx80060);活性物质生物技术教育部工程研究中心开放基金项目(No. 20150408)

第一作者简介:周石洋,男,研究方向为药物设计与合成,E-mail: zhoushiyang520@126.com;通信作者:杨善彬,教授,E-mail: shanbinyo@126.com

网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/50.1165.n.20170112.1134.044.html>

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

ZRD-1 全自动熔点仪;¹H NMR 和¹³C NMR 用 Bruker ARX-300 型核磁共振仪测定,内标为 TMS,CDCl₃ 作为溶剂;IR200 傅立叶红外光谱仪(KBr 压片);所用试剂均为分析纯或化学纯。

1.2 实验方法

1.2.1 酰氯的合成 在 100 mL 干燥的三口瓶中,加入 2.0 mmol(2a,2b,2c)和磁力搅拌子,安装好回流冷凝管、常压滴液漏斗。在 0~10 °C 条件滴加 2.4 mmol 二氯亚砷和 5 滴 N,N-二甲基甲酰胺(DMF),并不断搅拌反应液,控制滴加速度,在 30 min 内滴加完毕。然后在 30~35 °C 条件保温反应 3 h,再缓慢加热至 75 °C,回流反应 2 h。减压除去过量的二氯亚砷及氯化氢,冷却,结晶,过滤,干燥,得到相应的酰氯(3a,3b,3c),备用。

1.2.2 水杨酸酯类化合物的合成 在 100 mL 干燥的三口瓶中,加入 2.4 mmol(4a,4b,4c,4d,4e,4f)和磁力搅拌子,并加入 30 mL 蒸馏水。安装好常压滴液漏斗,在搅拌条件滴加 5% 的氢氧化钠溶液 2 mL,控制反应温度在 0~10 °C。待反应完全后加入 5% 聚乙二醇 PEG-200 作为相转移催化剂,再将酰氯 2.0 mmol(3a,3b,3c)溶于 10 mL 醋酸正丁酯中,通过恒压滴液漏斗缓慢滴入三口瓶中,控制滴加速度,在 30 min 内滴加完毕。控制 pH 值在 9~10,在 20~25 °C 条件继续搅拌反应 1 h,反应完毕,静置分液,水层用醋酸正丁酯 50 mL 萃取 3 次,合并有机层。有机层经冰水洗涤至中性,用无水硫酸镁干燥,过滤,滤液减压蒸馏回收醋酸正丁酯得到水杨酸酯类化合物(1a,1b,1c,1d,1e,1f,1g,1h)粗品。水杨酸酯类化合物的粗品用无水乙醇进行重结晶得到相应的纯品。

1.2.3 酯化放大实验 在 1 000 mL 干燥的三口瓶中,加入 120 mmol(4a,4b,4c,4d,4e,4f)、磁力搅拌子和 300 mL 蒸馏水,在搅拌条件下滴加 100 mL 5% 的氢氧化钠溶液,控制反应温度在 0~10 °C。滴加完毕后加入 5% 的相转移催化剂聚乙二醇 PEG-200,然后再将酰氯 100 mmol(3a,3b,3c)溶解在 150 mL 醋酸正丁酯中,通过恒压漏斗滴加至瓶内(30 min 滴加完毕)。控制反应液 pH 值在 9~10,反应温度在 20~25 °C,在此条件下搅拌反应 1 h,反应完毕,静置分液,水层用醋酸正丁酯 200 mL 萃取 3 次,合并有机层。有机层经冰水洗涤至中性,用无水硫酸镁干燥,过滤,滤液减压蒸馏回收醋酸正丁酯得到相应的粗品。粗品用无水乙醇进行重结晶得到相应的纯品。通过放大反应物用量,考察了相转移催化剂聚乙二醇 PEG-200 用量、氢氧化钠用量、反应温度和反应时间对产率的关系。

水杨酰氯(3a):针状结晶状,产率 99%,m. p. 19~20 °C,¹H NMR(300 MHz,CDCl₃) δ :7.98(s,1H),7.65(s,1H),7.22(s,1H),6.98(s,1H),5.35(s,1H);¹³C NMR(75 MHz,CDCl₃) δ :167.9,163.3,136.7,132.8,122.4,121.6,118.0;IR(KBr, ν /cm⁻¹):3 397,1 647,1 426,1 253,751;HR-ESI-MS m/z :理论值 C₇H₅ClO₂ {[M+H]⁺}155.998 0,实际值 156.566 0。

乙酰水杨酰氯(3b):白色结晶体,产率 98%,m. p. 48~49 °C,¹H NMR(300 MHz,CDCl₃) δ :8.02(s,1H),7.65(s,1H),7.38(s,1H),7.15(s,1H),2.32(s,3H);¹³C NMR(75MHz,CDCl₃) δ :169.03,164.54,150.35,136.13,134.29,126.46,126.34,124.27,20.79;IR(KBr, ν /cm⁻¹):3 054,1 772,1 602,1 370,1 223,1 191,857;HR-ESI-MS m/z :理论值 C₉H₇ClO₃ {[M+H]⁺}198.008 0,实际值 198.603 0。

4-氨基水杨酰氯(3c):白色结晶体,产率 99%,m. p. 75~77 °C,¹H NMR(300 MHz,CDCl₃) δ :7.79(s,1H),6.35(s,1H),6.27(s,3H),6.13(s,1H),5.35(s,1H);¹³C NMR(75 MHz,CDCl₃) δ :171.8,165.4,156.7,132.5,108.2,102.1,100.9;IR(KBr, ν /cm⁻¹):3 389,1 660,1 626,1 460,1 297,770;HR-ESI-MS m/z :理论值 C₇H₆NCIO₂ {[M+H]⁺}170.543 0,实际值 170.693 0。

水杨酸苯酯(1a):白色结晶粉末,产率 94%,m. p. 41~43 °C,¹H NMR(300 MHz,CDCl₃) δ :8.05(s,1H),7.53(s,1H),7.52(d,J=8.8 Hz,2H),7.45(s,1H),7.37(d,J=8.8 Hz,2H),7.35(s,1H),6.92(s,1H),5.35(s,1H);¹³C NMR(75 MHz,CDCl₃) δ :169.89,162.30,150.19,136.43,130.35,129.60,126.34,121.65,119.44,117.84,111.90;IR(KBr, ν /cm⁻¹):3 193,1 683,1 483,1 302,1 191;HR-ESI-MS m/z :理论值 C₁₃H₁₀O₃ {[M+H]⁺}214.063 0,实际值 214.217 0。

水杨酸对甲苯酯(1b):白色结晶体,产率 95%,m. p. 38~40 °C,¹H NMR(300 MHz,CDCl₃) δ :10.52(s,1H),8.05(s,1H),7.50(s,1H),7.21(d,J=8.8 Hz,2H),7.09(d,J=8.8 Hz,2H),7.03(s,1H),6.97(s,1H),

2.37(s,3H); ^{13}C NMR(75 MHz, CDCl_3) δ : 169.09, 162.21, 147.90, 136.34, 136.05, 130.33, 130.10, 121.28, 119.39, 117.80, 111.95, 20.85; IR(KBr, ν/cm^{-1}): 3 210, 1 667, 1 509, 1 303, 1 198; HR-ESI-MS m/z : 理论值 $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_3\{[\text{M}+\text{H}]^+\}$ 228.079 0, 实际值 228.243 0。

水杨酸-4-叔丁基苯酯(1c): 白色粉末, 产率 96%, m. p. 62~64 $^{\circ}\text{C}$, ^1H NMR(300 MHz, CDCl_3) δ : 10.56(s, 1H), 8.07(s, 1H), 7.52(s, 1H), 7.46(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.13(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.03(s, 1H), 6.96(s, 1H), 1.34(s, 9H); ^{13}C NMR(75 MHz, CDCl_3) δ : 169.14, 162.26, 149.30, 147.81, 136.39, 130.37, 126.53, 120.98, 1119.43, 117.84, 111.98, 34.55, 31.41; IR(KBr, ν/cm^{-1}): 2 968, 1 687, 1 465, 1 334, 1 306, 1 247, 1 211, 764; HR-ESI-MS m/z : 理论值 $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{O}_3\{[\text{M}+\text{H}]^+\}$ 270.126 0, 实际值 270.323 0。

水杨酸对硝基苯酯(1d): 白色结晶体, 产率 92%, m. p. 148~150 $^{\circ}\text{C}$, ^1H NMR(300 MHz, CDCl_3) δ : 8.33(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 8.05(s, 1H), 7.63(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.53(s, 1H), 7.45(s, 1H), 6.92(s, 1H), 5.35(s, 1H); ^{13}C NMR(75 MHz, CDCl_3) δ : 167.93, 162.49, 154.81, 145.79, 137.17, 130.34, 125.37, 122.69, 119.78, 118.11, 111.10; IR(KBr, ν/cm^{-1}): 3 246, 1 686, 1 524, 1 346, 1 302, 1 202, 1 065; HR-ESI-MS m/z : 理论值 $\text{C}_{13}\text{H}_9\text{NO}_5\{[\text{M}+\text{H}]^+\}$ 259.048 0, 实际值 259.214 0。

水杨酸对氯苯酯(1e): 白色结晶体, 产率 95%, m. p. 69~71 $^{\circ}\text{C}$, ^1H NMR(300 MHz, CDCl_3) δ : 8.05(s, 1H), 7.56(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.53(s, 1H), 7.48(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.45(s, 1H), 6.92(s, 1H), 5.35(s, 1H); ^{13}C NMR(75 MHz, CDCl_3) δ : 169.1, 162.2, 147.5, 135.3, 131.7, 131.1, 130.3, 128.3, 121.2, 117.6, 112.1; IR(KBr, ν/cm^{-1}): 3 214, 1 653, 1 509, 1 304, 1 195; HR-ESI-MS m/z : 理论值 $\text{C}_{13}\text{H}_9\text{ClO}_3\{[\text{M}+\text{H}]^+\}$ 248.661 3, 实际值 248.710 2。

邻乙酰水杨酸苯酯(1f): 白色粉末, 产率 94%, m. p. 35~36 $^{\circ}\text{C}$, ^1H NMR(300 MHz, CDCl_3) δ : 8.19(s, 1H), 7.85(s, 1H), 7.70(s, 1H), 7.67(s, 1H), 7.52(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.37(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.35(s, 1H), 2.28(s, 3H); ^{13}C NMR(75 MHz, CDCl_3) δ : 169.1, 169.0, 150.8, 149.4, 134.3, 130.7, 129.1, 125.5, 125.4, 124.4, 121.6, 120.9, 20.3; IR(KBr, ν/cm^{-1}): 3 210, 1 667, 1 509, 1 303, 1 198; HR-ESI-MS m/z : 理论值 $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{O}_4\{[\text{M}+\text{H}]^+\}$ 256.074 0, 实际值 256.253 0。

贝诺酯(1g): 白色结晶性粉末, 产率 96%, m. p. 179~181 $^{\circ}\text{C}$, ^1H NMR(300 MHz, CDCl_3) δ : 8.19(s, 1H), 7.85(s, 1H), 7.70(s, 1H), 7.69(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.67(s, 1H), 7.35(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.23(s, 1H), 2.28(s, 3H), 2.04(s, 3H); ^{13}C NMR(75 MHz, CDCl_3) δ : 169.1, 169.0, 168.9, 150.8, 145.0, 135.3, 134.3, 130.7, 125.4, 124.4, 122.0, 121.8, 120.9, 24.0, 20.3; IR(KBr, ν/cm^{-1}): 3 395, 1 754, 1 605, 1 372, 1 256; HR-ESI-MS m/z : 理论值 $\text{C}_{17}\text{H}_{15}\text{NO}_5\{[\text{M}+\text{H}]^+\}$ 313.095 0, 实际值 313.305 0。

非那米柳(1h): 白色粉末, 产率 97%, m. p. 150~152 $^{\circ}\text{C}$, ^1H NMR(300 MHz, CDCl_3) δ : 7.80(s, 1H), 7.52(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.37(d, $J=8.8$ Hz, 2H), 7.35(s, 1H), 6.29(s, 1H), 6.27(s, 2H), 6.07(s, 1H), 5.35(s, 1H); ^{13}C NMR(75 MHz, CDCl_3) δ : 169.1, 165.4, 156.7, 149.4, 132.5, 129.1, 125.5, 121.6, 102.1, 100.9; IR(KBr, ν/cm^{-1}): 3 380, 1 635, 1 627, 1 195, 1 024; HR-ESI-MS m/z : 理论值 $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{NO}_3\{[\text{M}+\text{H}]^+\}$ 229.074 0, 实际值 229.231 0。

2 结果与讨论

2.1 酯化反应条件优化

采用水杨酰氯(3a, 2.0 mmol)与对苯酚(4a, 2.4 mmol)的酯化过程作为模型反应, 并对反应条件进行了优化。以氢氧化钠作为缚酸剂, 聚乙二醇(PEG-200)作为催化体系, 水作为反应溶剂, 系统研究了催化剂用量、碱用量、反应温度、反应时间等对反应的影响, 结果见表 1 所示。由表 1 可以看出, 在碱用量、反应温度、反应时间不变的情况下, 催化剂用量对反应影响很大。当催化剂用量为 3% 时, 目标产物水杨酸苯酯(1a)的产率可达 73% (表 1, 序号 2)。随着催化剂用量的增加, 当用量为 5% 时产率达到最大, 可达 95% (表 1, 序号 6); 用量为 7% 时产率反而下降仅为 75% (表 1, 序号 10)。在未使用催化剂的条件下, 产率最低为 5% (表 1, 序号 13)。催化剂用量不足反应难以完全, 过量则副产物多, 产物难以分离导致产率下降。其他不变, 改变其反应时间, 从表 1 可以看出时间对反应影响不大(表 1, 序号 2-3, 6-7, 10-11)。反应温度和氢氧化钠用量对反应也有一定的影响, 从表 1

可以看出,相同条件下,氢氧化钠用量为 5% 和反应温度 20~25 °C 时产率都最高(表 1, 序号 2, 6, 10)。酯化过程会产生氯化氢, 并且酯化反应是个在碱性和酸性条件下都可逆反应, 氢氧化钠作为缚酸剂吸收氯化氢, 让反应正向进行。碱用量低难以吸收完全, 过高则在碱性条件下发生可逆反应。

2.2 底物适用范围的考察

通过对酯化反应条件的优化, 得到了合成水杨酸苯酯的合成最佳条件(表 1, 序号 6)。同样以聚乙二醇(PEG-200)作为催化剂, 水作为溶剂, 进一步考察了底物适用范围, 实验结果见表 2。由表 2 可以看出, 用水杨酰氯跟不同酚类物质反应, 其产率有所不同, 产率在 92%~96% 之间(表 2, 序号 1~5)。这主要是由于酚类物质中苯环上的取代基不同所导致: 甲基、叔丁基、卤代氯都是供电子基团, 硝基是吸电子基团, 因此产率比前三者都要低。另外还要考虑空间位阻, 所以供电基团的最终产率比较接近。用乙酰水杨酰氯与酚类物质反应时, 同样也是由于酚类物质上取代基的原因导致产率不同(表 2, 序号 5~6)。如果水杨酰氯苯环上有取代基, 则产率最高(表 2, 序号 7), 这是由于水杨酰氯苯环上有供电基团, 使酯化反应更加容易导致。

3 结论

本研究报道了一种简单、高效合成水杨酸苯酯类化合物的合成方法。以便宜的原料, 经过酰化、酯化两步合成目标产物。酯化过程中建立了以聚乙二醇作为相转移催化剂和氢氧化钠作为缚酸剂的反应体

表 1 反应条件的优化

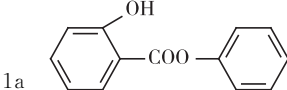
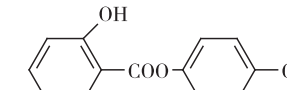
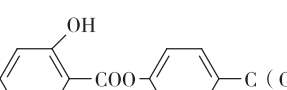
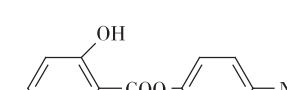
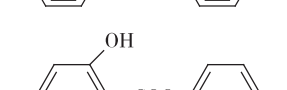
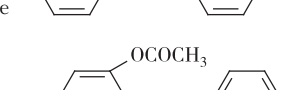
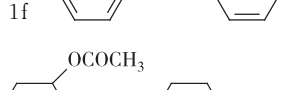
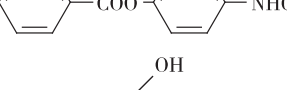
Tab. 1 Optimization of the reaction condition

序号	催化剂/%	NaOH/%	反应温度/°C	反应时间/min	分离产率/%
1	3	3	15~20	40	69
2	3	5	20~25	60	73
3	3	5	20~25	80	70
4	3	7	25~30	80	60
5	5	3	15~20	40	76
6	5	5	20~25	60	95
7	5	5	20~25	80	92
8	5	7	25~30	80	74
9	7	3	15~20	40	66
10	7	5	20~25	60	75
11	7	5	20~25	80	73
12	7	7	25~30	80	58
13	—	5	20~25	60	5

注: 反应条件为: 3a(2.0 mmol), 4a(2.4 mmol), 聚乙二醇(PEG-200)为催化剂, 氢氧化钠作为缚酸剂, pH 值为 9~10, 水作为溶剂。

表 2 水杨酸苯酯类化合物的合成

Tab. 2 Synthetic of phenyl salicylates compound

序号	R ₁	R ₂	R ₃	产物	分离产率/%
1	H	H	H		94
2	H	H	CH ₃		95
3	H	H	C(CH ₃) ₃		96
4	H	H	NO ₂		92
5	H	H	Cl		95
6	H	COCH ₃	H		94
7	H	COCH ₃	COCH ₃		96
8	NH ₂	COCH ₃	H		97

注: 反应条件为: 3a(2.0 mmol), 4a(2.4 mmol), 聚乙二醇(PEG-200) 5%, 氢氧化钠 5%, pH 值为 9~10, 20~25 °C, 60 min, 水作为溶剂。

系,水-醋酸正丁酯作为反应溶剂,两相的存在便于产物的分离。与文献相比,这种方法的底物适用范围广通用性好,合成目标产物的产率高,使用的相转移催化剂效率高且便宜,整个实验操作过程简单易控制。

参考文献:

- [1] 周石洋,陈玲. (R)-沙丁胺醇的合成工艺研究[J]. 沈阳大学学报(自然科学版),2015,27:442-445.
ZHOU S H, CHEN L. Synthesis of (R)-albuterol with chemical asymmetric method[J]. Journal of Shenyang University (Natural Science Edition), 2015, 27: 442-445.
- [2] ANASTAS P T, BARTLETT L B, KIRCHHOFF M M, et al. The role of catalysis in the design, development, and implementation of green chemistry[J]. Catalysis Today, 2000, 55: 11-22.
- [3] ANOUTI M, VIGEANT A, JACQUEMIN J, et al. Volumetric properties, viscosity and refractive index of the protic ionic liquid, pyr-rolidinium octanoate, in molecular solvents[J]. Journal of Chemical Thermodynamics, 2010, 42(7): 834-845.
- [4] KHAN A F, DASH J, SUDHEE C. Chemo selective reduction of aznaticnitm and azo can pounds in ionic liq-uids using zincand anunoniun salts[J]. Tetra Lett, 2003, 44: 7783-7787.
- [5] BENNETT J, TARDIFF, MARK S. Buchwald-Hartwig amination of (Hetero)aryl chlorides by employing mor-dal-phos under aqueous and solvent-free conditions[J]. J. Org. Chem. 2012, 21: 3972-3977.
- [6] 周石洋,陈玲,冯豫川. 4-氨基苯甲酸的合成工艺研究[J]. 化学试剂, 2013, 35(7): 665-669.
- ZHOU S H, CHEN L, FENG Y C. Synthesis techniques of 4-amino benzoic acid[J]. Chemical Reagents, 2013, 35(7): 665-669.
- [7] 周石洋,陈玲, N-(4-羟基苯基)-乙酰胺的合成及表征[J]. 首都师范大学学报(自然科学版), 2015, 36(3): 48-52.
ZHOU S H, CHEN L. Syntesis and Characterization of N-(4-Hydroxyphenyl)-acetamide[J]. Journal of Capital Normal University (Natural Science), 2015, 36(3): 48-52.
- [8] MATHEW D, NAIR C P R, NINAN K. Phosphazene-triazine cyclomatrix network polymers; some aspects of synthesis, thermal-and flame-retardant characteristics[J]. Polymer International, 2000, 49(1): 48-56.
- [9] PIZZIO L, VAZQUEZ P. Tungstophosphoric and molybdophosphoric acids supported on zirconia as esterification catalysts[J]. Catalysis Letters, 2001, 77(4): 233-239.
- [10] MENEGHELI P, REZENDE M C, ZUCCO C. Marco caroli rezende and cesar zucco caboxylation of arenes[J]. Synthenetic Communications, 1987, 17(4): 457-464.
- [11] 周石洋,陈玲,杨善彬. 4-乙酰氨基苯酚的合成工艺研究[J]. 贵州师范大学学报(自然科学版), 2016(34): 65-68.
ZHOU S H, CHEN L, YANG S B. Synthesis of 4-Acet-amino phenol[J]. Journal of Guizhou Normal University (Natural Sciences Edition), 2016(34): 65-68.

Study on Synthesis of Phenyl Salicylate Compounds by Polyethylene Glycol Phase Transfer Catalysis

ZHOU Shiyang^{1,2}, YANG Shanbin^{1,2}, GUO Xiangqing^{1,2}

(1. College of Chemistry, Chongqing Normal University;

2. Preparation Engineering Research Institute, Chongqing Normal University, Chongqing 401331, China)

Abstract: [Purposes] Phenyl salicylate compounds were synthesized by a simple and efficient method. [Methods] Cheap salicylic acid compounds as a starting material, it reacts at the presence of thionyl criteria. And then polyethylene glycol as a phase transfer catalyst and sodium hydroxide as a base, target products were synthesized after the esterification reaction. [Findings] The structures of the products were characterized by ¹H NMR, ¹³C NMR, IR, MS spectra. [Conclusions] Substrate of this synthetic method has a great scope of application and high synthesis yield with simple operation.

Keywords: acylation reaction; esterification reaction; phenyl salicylate

(责任编辑 许 甲)