

3-苯丙酸 制备方法及合成方法

产品名称	3-苯丙酸 制备方法及合成方法
公司名称	佛山信航生物科技有限公司
价格	12.00/kg
规格参数	3-苯丙酸:3-苯丙酸 3-苯丙酸:3-苯丙酸 3-苯丙酸:3-苯丙酸
公司地址	佛山市顺德区乐从镇乐从社区居民委员会佛山新城裕和路109号保利东瑞广场1座1819室（住所申报）（注册地址）
联系电话	18042846216

产品详情

3-苯丙酸 制备方法及合成方法1. 以肉桂酸为原料，可按下述两种方法操作制得3-苯丙酸。（1）将肉桂酸与80-90 的氢氧化钠溶液混合使成钠盐，向溶液添加雷尼镍后，缓缓滴加水合肼。冷至20 ，加盐酸至pH=1，即析出3-苯丙酸。（2）在搅拌下，将2.5%的钠汞齐慢慢加入肉桂酸与氢氧化钠溶液的混合物中，肉桂酸被产生的新生氢还原为苯丙酸。将反应混合物盐酸酸化，苯丙酸即呈油状物析出，并很快固化，用热水重结晶，即得成品。2. 烟草：FC，40；OR，26；用钠汞齐还原肉桂酸制备；由铬酸盐氧化丙苯制备。3、于常压氢化反应瓶(置于磁力搅拌器上)中，加入肉桂酸1g，无水乙醇15mL，搅拌溶解。加入Rany Ni催化剂1g，减压抽去空气，充入氮气，重复两次后，再用氢气置换氮气。开动磁力搅拌器，进行常压氢化，直至不再吸收氢气为止，约需2h。抽滤，滤液常压蒸出溶剂，待剩下约1-2mL时，趁热倒入表面皿中，冷却后得白色(略带绿色)蜡状固体 0.8g，mp46-48 ，收率80%。注： 注意不要抽的太干，以防催化剂自燃。催化剂也不得随便乱倒，应回收至指定的容器中。 也可以在碱性条件下用肼和镍进行还原，或用钠-汞齐还原。4.制法：苄基丙二酸二乙酯（4）：于装有搅拌器、温度计、滴液漏斗的反应瓶中，加入1500mL丙二酸二乙酯（2），四丁基溴化铵20g（0.062mol），无水碳酸钾 1700g（12.3mol）。搅拌下慢慢升温至80 ，滴加苄基氯（3）720mL（5.8mol）。加完后搅拌反应过夜。过滤，滤饼用丙二酸二乙酯充分洗涤。滤液减压蒸馏，首先回收丙二酸二乙酯，再收集142~145 /1.07kpa的馏分，得苄基丙二酸二乙酯1050g，收率72.4%。无色液体。bp142~145 /1.07kpa。nD201.4860。3-苄基丙酸（1）：于装有搅拌器、回流冷凝器、滴液漏斗的反应瓶中，加入氢氧化钾200g，水200mL。搅拌下慢慢加入苄基丙二酸二乙酯231g（0.925mol），反应剧烈进行并回流。当全部的酯加完后，回流反应3h，直至反应完全（取少量反应液，加入水中可完全溶解）。加入水200mL，并蒸出约200mL的液体（回收乙醇）。冷却，慢慢加入50%的硫酸呈酸性，反应放热。回流反应3h。冷却后分出上层有机层，水层用提取。合并有机层，无水硫酸钠干燥，蒸出1后，减压蒸馏，收集164~172 /3.33kPa的馏分，得（1），冷后固化。用石油醚或含少量盐酸的水中重结晶，mp47~48 。注： 也可用乙醇钠或七水磷酸钾代替无水碳酸钾。用乙醇钠时，丙二酸二乙酯容易发生二取代，收率略低。用回收的丙二酸二乙酯作相同石油，收率85%。[1] 5.制法：于45mL压力反应器中，加入5mL1,2-二甲氧基乙烷（DNE）、10mmol甲酸或草酸、三苄基膦42mg（0.16mmol）、1,4-双（二苄基膦）丁烷（dppb）34mg（0.06mmol）、10%的Pd-C催化剂22mg（0.02mmol），再加入苯乙烯0.52g（5mmol），通入一氧化碳至压力达到0.68Mpa（使用草酸时压力为4

MPa),于150 加热反应24h。反应结束后,冷却,过滤,滤液减压浓缩。剩余物溶于中,用2mol/L的氢氧化钠溶液提取。水溶液用盐酸酸化,提取,干燥。蒸出溶剂,得化合物粗品,其中含有部分a-甲基苯乙酸。3-苯丙酸 制备方法及合成方法1.以肉桂酸为原料,可按下述两种方法操作制得3-苯丙酸。

(1)将肉桂酸与80-90 的氢氧化钠溶液混合使成钠盐,向溶液添加雷尼镍后,缓缓滴加水合肼。冷至20 ,加盐酸至pH=1,即析出3-苯丙酸。(2)在搅拌下,将2.5%的钠汞齐慢慢加入肉桂酸与氢氧化钠溶液的混合物中,肉桂酸被产生的新生氢还原为苯丙酸。将反应混合物盐酸酸化,苯丙酸即呈油状物析出,并很快固化,用热水重结晶,即得成品。2.烟草:FC,40;OR,26;用钠汞齐还原肉桂酸制备;由铬酸盐氧化丙苯制备。3、于常压氢化反应瓶(置于磁力搅拌器上)中,加入肉桂酸1g,无水乙醇15mL,搅拌溶解。加入Rany Ni催化剂1g,减压抽去空气,充入氮气,重复两次后,再用氢气置换氮气。开动磁力搅拌器,进行常压氢化,直至不再吸收氢气为止,约需2h。抽滤,滤液常压蒸出溶剂,待剩下约1-2mL时,趁热倒入表面皿中,冷却后得白色(略带绿色)蜡状固体 0.8g,mp46-48 ,收率80%。注: 注意不要抽的太干,以防催化剂自燃。催化剂也不得随便乱倒,应回收至指定的容器中。 也可以在碱性条件下用肼和镍进行还原,或用钠-汞齐还原。4.制法:苄基丙二酸二乙酯(4):于装有搅拌器、温度计、滴液漏斗的反应瓶中,加入1500mL丙二酸二乙酯(2),四丁基溴化铵20g(0.062mol),无水碳酸钾 1700g(12.3mol)。搅拌下慢慢升温至80 ,滴加苄基氯(3)720mL(5.8mol)。加完后搅拌反应过夜。过滤,滤饼用丙二酸二乙酯充分洗涤。滤液减压蒸馏,首先回收丙二酸二乙酯,再收集142~145 /1.07kpa的馏分,得苄基丙二酸二乙酯1050g,收率72.4%。无色液体。bp142~145 /1.07kpa。nD201.4860。3-苯基丙酸(1):于装有搅拌器、回流冷凝器、滴液漏斗的反应瓶中,加入氢氧化钾200g,水200mL。搅拌下慢慢加入苄基丙二酸二乙酯231g(0.925mol),反应剧烈进行并回流。当全部的酯加完后,回流反应3h,直至反应完全(取少量反应液,加入水中可完全溶解)。加入水200mL,并蒸出约200mL的液体(回收乙醇)。冷却,慢慢加入50%的硫酸呈酸性,反应放热。回流反应3h。冷却后分出上层有机层,水层用提取。合并有机层,无水硫酸钠干燥,蒸出1后,减压蒸馏,收集164~172 /3.33kPa的馏分,得(1),冷后固化。用石油醚或含少量盐酸的水中重结晶,mp47~48 。注: 也可用乙醇钠或七水磷酸钾代替无水碳酸钾。用乙醇钠时,丙二酸二乙酯容易发生二取代,收率略低。 用回收的丙二酸二乙酯作相同石油,收率85%。[1]5.制法:于45mL压力反应器中,加入5mL1,2-二甲氧基乙烷(DNE)、10mmol甲酸或草酸、三苯基膦42mg(0.16mmol)、1,4-双(二苯基膦)丁烷(dppb)34mg(0.06mmol)、10%的Pd-C催化剂22mg(0.02mmol),再加入苯乙烯0.52g(5mmol),通入一氧化碳至压力达到0.68Mpa(使用草酸时压力为4MPa),于150 加热反应24h。反应结束后,冷却,过滤,滤液减压浓缩。剩余物溶于中,用2mol/L的氢氧化钠溶液提取。水溶液用盐酸酸化,提取,干燥。蒸出溶剂,得化合物粗品,其中含有部分a-甲基苯乙酸。