

文章编号:1000-5862(2013)05-0515-04

氢化诺卜基甲酰胺类化合物的合成与结构表征

刘 艳¹, 肖转泉^{2*}, 卢平英³, 陈金珠¹, 王宗德^{1*}, 范国荣¹

(1. 江西农业大学林学院 江西 南昌 330045; 2. 江西师范大学化学化工学院 江西 南昌 330022;

3. 江西农业大学图书馆 江西 南昌 330045)

摘要:由氢化诺卜基溴(RBr)与镁反应制成格氏试剂,再与二氧化碳反应并经稀酸分解合成了氢化诺卜基甲酸(RCO₂H),后者与亚硫酰氯反应制成酰氯(RCOCl),再分别与氨、二甲胺、二乙胺、二异丙胺、六氢吡啶、吗啉等反应合成了 6 种氢化诺卜基甲酰胺类化合物,各化合物都用 IR、¹H NMR、¹³C NMR 与 MS 进行了结构表征。

关键词:氢化诺卜基溴;Grignard 反应;氢化诺卜基甲酸;氢化诺卜基甲酰胺;结构分析

中图分类号:O 621;TQ 351

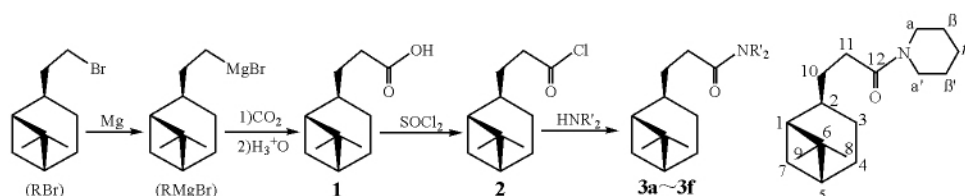
文献标志码:A

0 引言

酰胺类化合物具有许多生物活性^[1-6],已被用于杀虫剂、抑菌剂、除草剂、植物生长调节剂、抗肿瘤试剂的研究中。饶小平^[7]以天然树脂酸为原料合成了一系列脱氢枞基酰胺衍生物,并进行了抑菌和抗肿瘤活性测试。尹延柏^[8]由 α-蒎烯合成了蒎酮酰胺类化合物,并对其抑菌活性进行了测试,结果表明此类化合物表现出一定的抑菌性能。

氢化诺卜醇的最初合成原料是 β-蒎烯,资源丰富且价格相对低廉。本课题组由氢化诺卜醇合成了

它的一些醚类^[9]、羧酸酯类^[10]与卤代物^[11],后又合成了氢化诺卜酸及其酰胺类化合物^[12]。对不同种类化合物的活性初步测定表明,这些化合物具有一定的生理活性。本文以氢化诺卜基溴(RBr)为原料,通过 Grignard 反应制成氢化诺卜基溴化镁(RMgBr),再与二氧化碳反应及酸水解合成了氢化诺卜基甲酸(RCO₂H 1),后者与亚硫酰氯反应制成氢化诺卜基甲酰氯(RCOCl 2),再分别与氨水、二甲胺、二乙胺、二异丙胺、六氢吡啶、吗啉反应,合成了 6 种氢化诺卜基甲酰胺类化合物(3a~3f)。各产物都用 IR、¹H NMR、¹³C NMR 与 MS 进行了结构表征。其反应式如 Scheme 1 所示。



Scheme 1 反应式

剂;钢瓶二氧化碳为食品添加剂级。

1 实验部分

1.1 原料与试剂

氢化诺卜基溴:按文献[11]方法由氢化诺卜醇与溴化钠和硫酸反应制备,GC 纯度 98.5%;溴化钠、镁条、浓氨水、33% 二甲胺水溶液、二乙胺、二异丙基胺、六氢吡啶、吗啉、亚硫酰氯等均为分析纯试

1.2 分析仪器

WZS-4 型阿贝折光仪;福立 GC 9790 型气相色谱仪(浙江温岭福立分析仪器有限公司);HW-2000 色谱工作站(千谱软件有限公司);Nicolet IR 6700 红外光谱仪(液膜法);Bruker AVANCE 400 型核磁共振仪,TMS 为内标,CDCl₃为溶剂,¹H NMR 观察频率为 400 MHz,¹³C NMR 观察频率为 100 MHz;Clar-

收稿日期:2013-04-20

基金项目:国家林业公益性行业科研专项经费(201304602)和广西林产化学与工程重点实验室(GXFC11-07)资助项目。

通信作者:肖转泉(1939-),男,江西安福人,教授,主要从事有机化学教学与科研工作。

王宗德(1966-),男,江西安福人,教授,博士,博士生导师,主要从事林产化工的教学和科研工作。

us 600C 型质谱仪, Clarus 680 型气相色谱仪(美国 PE 公司), EI 源 70 eV; X-4B 显微熔点仪. 温度计未经校正.

1.3 氢化诺卜基甲酸(1)的合成

在 500 mL 磨口锥形瓶上安装一 3 分叉接头, 其 3 个口分别插滴液漏斗、回流冷凝管和空心塞. 滴液漏斗和冷凝管的上口均安插 1 支无水氯化钙干燥管. 瓶内放 1 个磁力搅拌子, 并加入 2.5 g 事先经砂纸擦去表面氧化膜并剪碎了的镁屑、1 小粒碘与 20 mL 无水乙醚. 在搅拌下经滴液漏斗往瓶内慢慢滴加 23.1 g (0.1 mol) 氢化诺卜基溴在 150 mL 无水乙醚中的溶液, 约 3 h 滴完. 慢慢加热升温至有乙醚回流. 继续回流搅拌, 至镁条消失(或所剩很少)时停止加热, 冷却至室温. 往瓶内添加 100 mL 无水乙醚. 将 1 根软质塑料管插入瓶内液面以下至接近瓶底. 塑料管与二氧化碳储气钢瓶表头出气嘴相连接, 缓慢通入二氧化碳气体约 1 h. 停止通气后, 于搅拌下往瓶内滴加质量分数为 10% 的盐酸 100 mL, 并搅拌约 0.5 h. 经分液漏斗分出酸水层, 水层用乙醚萃取 2 次, 每次 50 mL. 几次醚层合并后用饱和食盐水洗 2 次, 每次 100 mL. 醚层用无水硫酸钠干燥后, 蒸馏回收乙醚, 减压蒸馏(冷凝管不通冷水冷却)蒸出产品.

1.4 氢化诺卜基甲酰氯(2)的合成

在 250 mL 锥形瓶中加入 19.6 g 氢化诺卜基甲酸、50 mL 干燥的 1,2-二氯乙烷和 18 g 亚硫酸氯. 安装回流冷凝管, 管口插 1 根通气玻璃管并接通氯化氢吸收装置. 先在 10 °C 以下搅拌反应 0.5 h, 然后加热至 70 ~ 80 °C, 至不再有氯化氢气体逸出时, 停止加热. 将装置改成蒸馏装置, 蒸出二氯乙烷和过量的亚硫酸氯, 再减压蒸馏蒸出产品.

1.5 氢化诺卜基甲酰胺的合成通法

在 150 mL 磨口锥形瓶中加入 0.15 mol 氨水或仲胺、30 mL 干燥二氯甲烷, 在冰水冷却和磁力搅拌下, 用滴管缓慢滴加 5.4 g 氢化诺卜基甲酰氯的 20 mL 干燥二氯甲烷溶液. 加完后再搅拌 0.5 h. 于 10 °C 以下再冷却 2 ~ 3 h, 趁热过滤. 收集滤液, 结晶物用二氯甲烷淋洗几次, 洗出液与滤液合并, 蒸馏回收二氯甲烷, 再蒸出稍有过量的仲胺, 减压蒸馏蒸出产品. 用气相色谱法分析其纯度, 测定熔点或折光率, 进行结构分析.

2 结果与讨论

2.1 合成化合物的结构表征

2.1.1 氢化诺卜基甲酸(1) 蒸出时为无色液体, b. p.: 138 ~ 140 °C / 400 Pa, 15.7 g, 收率 80%, GC 纯

度为 98.8%, 室温下放置凝结为白色固体, m. p.: 38.5 ~ 39.5 °C. IR, ν_{\max} : 3 429 (COOH), 2 988, 2 937, 2 906, 2 870 (C—H), 1 707 (C=O), 1 468, 1 454 (CH₂), 1 383, 1 365 (CMe₂) cm⁻¹; MS, m/z (% RA): 81 (100), 135 (13.1), 150 (M⁺ - COOH - H 5.4), 153 (3.2); ¹H NMR, δ_H : 11.610 (1H, br, CO₂H), 2.377 ~ 2.259 (3H, m, η_{11} -CH₂ η -CH), 1.963 ~ 1.821 (6H, m, δ -CH η -CH₂ η -CH η -CH, δ -CH), 1.747 ~ 1.668 (2H, m, η_{10} -CH₂), 1.465 ~ 1.403 (1H, m, δ -CH), 1.168 (3H, s, η -CH₃), 0.997 (3H, s, δ -CH₃), 0.857 (1H, d, J = 9.6 Hz, η -CH); ¹³C NMR, δ_C : 180.986 (C=O), 45.915 (C₂), 41.364 (C₁), 41.880 (C₅), 38.670 (C₆), 33.623 (C₇), 32.782 (C₁₁), 32.199 (C₁₀), 28.110 (C₉), 26.331 (C₄), 23.210 (C₈), 22.060 (C₃).

2.1.2 氢化诺卜基甲酰氯(2) 无色液体, b. p.: 94 ~ 96 °C / 1 330 Pa, 19.3 g, 收率 90%, GC 纯度为 98.2%. IR, ν_{\max} : 2 990, 2 932, 2 907, 2 864 (C—H), 1 800 (C=O), 1 469, 1 452 (CH₂), 1 384, 1 365 (CMe₂), 722 (C—C₁) cm⁻¹; MS, m/z (% RA): 69 (100), 186 (0.39, M⁺ - CO), 188 (0.13, M⁺ + 2 - CO), 199 (0.79, M⁺ - CH₃), 201 (0.26, M⁺ + 2 - CH₃), 214 (0.13, M⁺); ¹H NMR, δ_H : 2.908 ~ 2.794 (2H, m, η_{11} -CH₂), 2.360 ~ 2.257 (1H, m, η -CH), 1.970 ~ 1.755 (8H, m, δ -CH, η -CH₂, η -CH, η -CH, δ -CH, η_{10} -CH₂), 1.473 ~ 1.391 (1H, m, δ -CH), 1.175 (3H, s, η -CH₃), 0.992 (3H, s, δ -CH₃), 0.857 (1H, d, J = 9.6 Hz, η -CH); ¹³C NMR, δ_C : 173.926 (C₁₂), 45.845 (C₁₁), 45.839 (C₂), 41.309 (C₁), 40.355 (C₅), 38.657 (C₆), 33.126 (C₇), 32.466 (C₁₀), 28.051 (C₉), 26.212 (C₄), 23.164 (C₈), 21.968 (C₃).

2.1.3 氢化诺卜基甲酰胺(3a, R' = H) 白色固体, m. p.: 102 ~ 103 °C, 4.3 g, 收率 88.2%, GC 纯度为 98.5%. IR, ν_{\max} : 3 386, 3 198 (NH₂), 2 983, 2 940, 2 908, 2 864 (C—H), 1 656 (C=O), 1 622 (δ -NH₂), 1 468, 1 415 (CH₂), 1 383, 1 365 (CMe₂) cm⁻¹; MS, m/z (% RA): 59 (100), 178 (M⁺ - NH₃, 11.4), 180 (M⁺ - CH₃, 1.8), 195 (M⁺, 0.51), 196 (M⁺ + 1, 0.13); ¹H NMR, δ_H : 6.270, 5.723 (2H, br, NH₂), 2.317 ~ 2.262 (1H, m, η -CH), 2.212 ~ 2.114 (2H, m, η_{11} -CH₂), 1.953 ~ 1.777 (6H, m, δ -CH η -CH₂ η -CH η -CH δ -CH), 1.702 ~ 1.647 (2H, m, η_{10} -CH₂), 1.444 ~ 1.383 (1H, m, δ -CH), 1.137 (3H, s, η -CH₃), 0.967 (3H, s, δ -CH₃), 0.824 (1H, d, J = 9.6 Hz, η -CH); ¹³C NMR, δ_C : 176.456

(C₁₂), 46.100 (C₂), 41.377 (C₁), 41.042 (C₅), 38.656 (C₆), 34.557 (C₇), 33.653 (C₁₁), 33.140 (C₁₀), 28.133 (C₉), 26.341 (C₄), 23.250 (C₈), 22.150 (C₃).

2.1.4 *N,N*-二烷基取代氢化诺卜基甲酰胺 (**3b** ~ **3f**) *N,N*-二甲基氢化诺卜基甲酰胺 (**3b**, R' = CH₃): 无色液体, b. p.: 149 ~ 151 °C / 665 Pa, 4.9 g, 收率 87.9%, GC 纯度为 99.3%, n_D^{24} : 1.496 8. IR, ν_{\max} : 2 933, 2 906, 2 867 (C—H), 1 647 (C=O), 1 468, 1 452 (CH₂), 1 395, 1 365 (CMe₂) cm⁻¹; MS, m/z (% RA): 87 (100), 208 (M⁺ - CH₃, 2.6), 223 (M⁺, 7.5), 224 (M⁺ + 1, 0.96); ¹H NMR, δ_H : 2.959 (3H, s, ₁₃-CH₃), 2.290 ~ 2.221 (3H, m, ₁₁-CH₂, ₇-CH), 1.926 ~ 1.776 (6H, m, ₃-CH, ₄-CH₂, ₁-CH, ₂-CH, ₈-CH), 1.691 ~ 1.636 (2H, m, ₁₀-CH₂), 1.450 ~ 1.392 (1H, m, ₁₃-CH), 1.125 (3H, s, ₉-CH₃), 0.963 (3H, s, ₈-CH₃), 0.815 (1H, d, J = 9.6 Hz, ₇-CH); ¹³C NMR, δ_C : 173.395 (C₁₂), 46.142 (C₂), 41.409 (C₁), 41.251 (C₅), 38.658 (C₆), 37.289, 35.329 (C _{α} , C _{α'}), 33.700 (C₇), 32.721 (C₁₁), 32.004 (C₁₀), 28.160 (C₉), 26.398 (C₄), 23.246 (C₈), 22.288 (C₃).

N,N-二乙基氢化诺卜基甲酰胺 (**3c**, R' = CH₂CH₃): 无色液体, b. p.: 155 ~ 157 °C / 655 Pa, 5.2 g, 收率 82.8%, GC 纯度为 99.0%, n_D^{24} : 1.497 5. IR, ν_{\max} : 2 970, 2 933, 2 904 (C—H), 1 641 (C=O), 1 469, 1 440 (CH₂), 1 380, 1 364 (CMe₂) cm⁻¹; MS, m/z (% RA): 115 (100), 236 (M⁺ - CH₃, 3.5), 251 (M⁺, 12.1), 252 (M⁺ + 1, 1.6); ¹H NMR, δ_H : 3.328 ~ 3.212 (4H, m, _{α} -CH₂, _{α'} -CH₂), 2.272 ~ 2.185 (3H, m, ₁₁-CH₂, _{η} -CH), 1.915 ~ 1.778 (6H, m, ₃-CH, ₄-CH₂, _{η} -CH, ₂-CH, ₈-CH), 1.691 ~ 1.635 (2H, m, ₁₀-CH₂), 1.424 ~ 1.398 (1H, m, ₁₃-CH), 1.112 (3H, s, ₉-CH₃), 1.111 (3H, t, J_1 = 6.4 Hz, J_2 = 6.8 Hz, _{β} -CH₃), 1.042 (3H, t, J_1 = J_2 = 6.8 Hz, _{β'} -CH₃), 0.957 (3H, s, ₈-CH₃), 0.803 (1H, d, J = 9.6 Hz, ₇-CH); ¹³C NMR, δ_C : 172.417 (C₁₂), 46.181 (C₂), 41.917 (C _{α}), 41.397 (C₁), 41.319 (C₅), 39.946 (C _{α'}), 38.645 (C₆), 33.708 (C₇), 33.052 (C₁₁), 31.748 (C₁₀), 28.145 (C₉), 26.395 (C₄), 23.241 (C₈), 22.285 (C₃).

N,N-二异丙基氢化诺卜基甲酰胺 (**3d**, R' = CHMe₂): 蒸出时为近无色液体, b. p.: 165 ~ 167 °C / 665 Pa, 室温放置后凝成白色固体, m. p.: 32.0 ~ 33.5 °C, 5.4 g, 收率 77.4%, GC 纯度为 98.8%. IR, ν_{\max} : 2 964, 2 933, 2 905, 2 867 (C—H), 1 640

(C=O), 1 467, 1 433 (CH₂), 1 384, 1 365 (CMe₂) cm⁻¹; MS, m/z (% RA): 100 (100), 264 (M⁺ - CH₃, 1.9), 279 (M⁺, 9.0), 280 (M⁺ + 1, 1.4); ¹H NMR, δ_H : 3.892 (1H, m, _{α} -CH), 3.431 (1H, br, _{α'} -CH), 2.323 ~ 2.162 (3H, m, ₁₁-CH₂, ₇-CH), 1.965 ~ 1.767 (6H, m, ₃-CH, ₄-CH₂, ₁-CH, ₂-CH, ₅-CH), 1.685 ~ 1.627 (2H, m, ₁₀-CH₂), 1.486 ~ 1.407 (1H, m, ₁₃-CH), 1.337 (6H, d, J = 6.4 Hz, _{2 β} -CH₃), 1.166 (6H, d, J = 6.4 Hz, _{2 β'} -CH₃), 1.142 (3H, s, ₉-CH₃), 0.987 (3H, s, ₈-CH₃), 0.831 (1H, d, J = 9.2 Hz, _{η} -CH); ¹³C NMR, δ_C : 172.382 (C₁₂), 48.309 (C _{α}), 46.287 (C₂), 45.501 (C _{α'}), 41.410 (C₁, C₅), 38.668 (C₆), 34.128 (C₇), 33.769 (C₁₁), 33.147 (C₁₀), 28.178 (C₉), 26.433 (C₄), 23.254 (C₈), 22.334 (C₃), 21.007 (2C _{β}), 20.679 (aC _{β'}).

N-氢化诺卜基甲酰胺哌啶 (**3e**, R' = (CH₂)₅): 浅黄色液体, b. p.: 172 ~ 174 °C / 532 Pa, 5.3 g, 收率 80.6%, GC 纯度为 98.6%, n_D^{24} : 1.518 9. IR, ν_{\max} : 2 933, 2 915, 2 857 (C—H), 1 642 (C=O), 1 467, 1 433 (CH₂), 1 384, 1 366 (CMe₂) cm⁻¹; MS, m/z (% RA): 127 (100), 248 (M⁺ - CH₃, 2.4), 263 (M⁺, 8.5), 264 (M⁺ + 1, 1.25); ¹H NMR, δ_H : 3.499 (2H, br, _{α} -CH₂), 3.352 (2H, br, _{α'} -CH₂), 2.302 ~ 2.234 (3H, m, ₁₁-CH₂, _{η} -CH), 1.938 ~ 1.802 (6H, m, ₃-CH, ₄-CH₂, ₁-CH, ₂-CH, ₅-CH), 1.688 ~ 1.632 (2H, m, ₁₀-CH₂), 1.618 ~ 1.574 (2H, m, _{γ} -CH₂), 1.504 (4H, br, _{β} -CH₂, _{β'} -CH₂), 1.441 ~ 1.418 (1H, m, ₃-CH), 1.138 (3H, s, ₉-CH₃), 0.973 (3H, s, ₈-CH₃), 0.827 (1H, d, J = 9.6 Hz, _{η} -CH); ¹³C NMR, δ_C : 171.643 (C₁₂), 46.710 (C _{α}), 46.171 (C₂), 42.529 (C _{α'}), 41.428 (C₁), 41.325 (C₅), 48.668 (C₆), 33.713 (C₇), 33.087 (C₁₁), 32.134 (C₁₀), 28.170 (C₉), 26.550 (C _{γ}), 26.407 (C₄), 25.553 (C _{β}), 24.564 (C _{β'}), 23.248 (C₈), 22.302 (C₃).

N-氢化诺卜基甲酰基吗啉 (**3f**, R' = CH₂CH₂OCH₂CH₂): 浅黄色液体, b. p.: 180 ~ 182 °C / 800 Pa, 5.1 g, 收率 77.0%, GC 纯度为 98.8%, n_D^{24} : 1.588 4. IR, ν_{\max} : 2 934, 2 902, 2 861 (C—H), 1 648 (C=O), 1 457, 1 428 (CH₂), 1 384, 1 364 (CMe₂), 1 115 (C—O—C) cm⁻¹; MS, m/z (% RA): 129 (100), 250 (1.37, M⁺ - CH₃), 265 (4.27, M⁺), 266 (0.77, M⁺ + 1); ¹H NMR, δ_H : 3.623 ~ 3.426 (8H, m, _{α} -CH₂, _{α'} -CH₂, _{β} -CH₂, _{β'} -CH₂), 2.229 ~ 2.193 (3H, m, ₁₁-CH₂, _{η} -CH), 1.917 ~ 1.825 (6H, m, ₃-CH, ₄-CH₂, ₁-CH, ₂-CH, ₅-CH), 1.693 ~ 1.640 (2H, m, ₁₀-CH₂), 1.477 ~ 1.407 (1H, m, ₁₃-CH), 1.137

($3\text{H}_{\text{H}_9\text{CH}_3}$) 0.968 ($3\text{H}_{\text{H}_8\text{CH}_3}$) 0.822 (1H_{d} , $J = 9.2\text{ Hz}$, $_{7\text{-CH}}$); $^{13}\text{C NMR}$, δ_{C} : 172.026 (C_{12}), 66.824 (C_{β}), 66.706 ($\text{C}_{\beta'}$), 46.140 (C_2), 46.090 (C_{α}), 41.833 ($\text{C}_{\alpha'}$), 41.399 (C_1), 41.225 (C_5), 38.664 (C_6), 33.686 (C_7), 32.805 (C_{11}), 31.722 (C_{10}), 28.151 (C_9), 26.362 (C_4), 23.246 (C_8), 22.291 (C_3).

2.2 关于反应产物的构型

本文所用的原料为氢化诺卜基溴, 它的立体构型决定后续各步反应所得各个产物(1 2 3a~3f)的构型. 因为所用到的各步反应都不牵涉到化合物构型的变化. 而氢化诺卜基溴是由氢化诺卜醇合成的, 后者则是由诺卜醇催化氢化制得的, 在该过程中得到的加氢产物 94% 以上是顺型(*cis*-)氢化诺卜醇^[13] 经过纯化以后, 顺型醇含量达 99% 以上. 由它衍生所得的各种产物均是顺型的.

3 参考文献

- [1] 徐聪, 师伟, 龚军性, 等. 3-(3,4-亚甲二氧基-6-烷氧基)丙烯酰胺类化合物的合成及杀虫活性 [J]. 农药学报 2011, 13(3): 233-238.
- [2] 杨吉春, 张金波, 柴宝山, 等. 酰胺类杀菌剂新品种开发进展 [J]. 农药 2008, 47(1): 6-9, 20.
- [3] 高涵莹, 周思泓, 师伟, 等. 2-(2-氨基噻唑-4-基)-(Z)-甲氧亚氨基乙酸酯的酰胺及亚胺衍生物的合成及抑菌

- 活性 [J]. 农药学报 2011, 13(3): 228-232.
- [4] Stankiewicz-Drogon A, Palchykovska L G, Kostina V G, et al. New acridone-4-carboxylic acid derivatives as potential inhibitors of *Hepatitis C virus* infection [J]. Bioorganic Medicinal Chemistry 2008, 16(19): 8846-8852.
- [5] 李宇彬, 段文贵, 陈秋菊, 等. 丙烯海松酸基双酰胺类化合物的合成及生物活性研究 [J]. 化学试剂 2012, 34(1): 9-15, 54.
- [6] 许雪棠, 冷芳, 段文贵, 等. 马来松香酸基酰胺类化合物的合成及除草活性 [J]. 化学通报 2012, 75(5): 463-468.
- [7] 饶小平. 松香树脂酸衍生物的合成、表征及生物活性研究 [D]. 北京: 中国林业科学研究院 2007: 1-138.
- [8] 尹延柏. 蒽酮酸衍生物的合成、表征及生物活性研究 [D]. 北京: 中国林业科学研究院 2009: 1-128.
- [9] 赵玲华, 肖转泉, 陈金珠, 等. 氢化诺卜醇及其烷基醚的合成与表征 [J]. 化学研究与应用 2012, 24(1): 123-126.
- [10] 赵玲华, 刘显亮, 肖转泉, 等. 氢化诺卜醇及其羧酸酯的合成与结构分析 [J]. 江西师范大学学报: 自然科学版 2012, 36(1): 12-15.
- [11] 赵玲华, 肖转泉, 陈金珠, 等. 氢化诺卜醇及其卤代物的合成与结构分析 [J]. 林产化学与工业 2012, 32(1): 39-42.
- [12] 赵玲华, 肖转泉, 陈金珠, 等. 氢化诺卜酸及其酰胺的合成 [J]. 化学研究与应用 2013, 25(2): 245-248.
- [13] 赵玲华, 肖转泉, 陈金珠, 等. 氢化诺卜醇的合成研究 [J]. 化学世界 2012, 53(3): 163-164, 168, 175.

The Synthesis and Structural Characterization of Hydronopylformamide Compounds

LIU Yan¹, XIAO Zhuan-quan^{2*}, LU Ping-ying³, CHEN Jin-zhu^{1*}, WANG Zong-de^{1*}, FAN Guo-rong¹

(1. College of Forestry, Jiangxi Agricultural University, Nanchang Jiangxi 330045, China;

2. College of Chemistry and Chemical Engineering, Jiangxi Normal University, Nanchang Jiangxi 330022, China;

3. Library, Jiangxi Agricultural University, Nanchang Jiangxi 330045, China)

Abstract: Grignard reagent was prepared through the Grignard reaction of hydronopyl bromine and magnesium, and hydronopylformic acid was synthesized from the decompose reaction of diluted acid with carbon dioxide. Then hydronopylformyl chloride was obtained from the reaction of hydronopylformic acid and thionyl chloride. Finally, six kinds of hydronopylformamide compounds were synthesized from the reaction of hydronopylformyl chloride with ammonia, dimethylamine, diethylamine, diisopropylamine, hexahydropyridine and morpholine respectively. The structures of the products were characterized by IR, $^1\text{H NMR}$, $^{13}\text{C NMR}$ and MS methods.

Key words: hydronopyl bromide; Grignard reaction; hydronopylformic acid; hydronopylformamide; structure analysis

(责任编辑: 刘显亮)