

JUNSEI NEWS

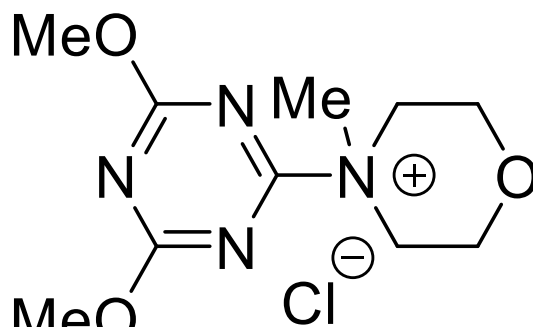
新技術のご紹介

参考文献

汎用縮合剤DMT-MMによる、 基質一般性の高いエステル合成

特開2025-42158

DMT-MM



CAS RN® 3945-69-5

■ DMT-MM

4-(4,6-ジメトキシ-1,3,5-トリアジン-2-イル)-4-メチルモルホリニウムクロリド

品番	容量	価格
35797-1615	1 g	¥3,200
35797-1609	10 g	¥9,800
35797-1606	100 g	¥49,000

DMT-MMを用いたカルボン酸エステルの合成技術を弊社が新たに開発しました。DMT-MMはアミド化剤として広く使用されており、水中やアルコール中でも反応が進行することから汎用されていますが、エステル化剤としての利用例は少なく、従来法では**限られた基質にしか適用できません**でした。

本技術では、反応初期の**低温制御（15℃以下）**と**触媒量のDMAP**を組み合わせることでDMT-MMの分解と副反応を効果的に抑制し、アミド化と同様に多様な基質に対して温和な条件下でカルボン酸エステル合成を可能にしました。エステル結合は**医薬・農薬をはじめとする幅広い製品**に見られる重要な結合様式であり、本技術はこれらの製造プロセスへの**幅広い応用**が期待されます。

▶ 本技術の優位点

1 幅広い基質に対応し、高収率を実現

アリルアルコール(収率91%)、プロパギルアルコール(収率91%)、2-フェニルエタノール(収率95%)など、多様なアルコールに適用可能

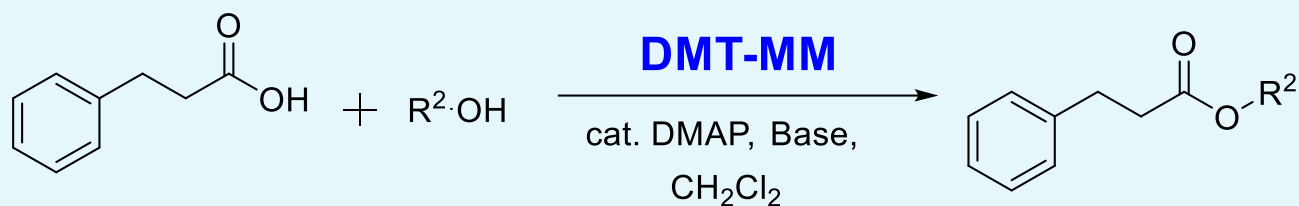
2 分液操作で実用的な純度を確保

DMT-MMの副反応を抑制することで、カラムクロマトグラフィーを用いず、分液操作のみでHPLC純度90%超を達成

3 アルコール使用量は小過剰で反応可能

従来法のように大過剰のアルコールを溶媒として使用する必要がなく、カルボン酸1モルに対して1~1.2モル程度で十分

▶ 反応式



実施例	使用アルコール (R ² OH)	エステル(R ²) 	収率 (¹ H-NMR)	HPLC純度 (220 nm)
1	MeOH		87%	94.9%
2	EtOH		87%	92.0%
3			65%	92.3%
4			86%	91.9%
5			91%	94.3%
6			91%	94.1%

※ 収率 (¹H-NMR) : ¹H-NMRによる換算収率 (小数点以下四捨五入) 参考文献 : 特開2025-42158

▶ 実験例 (実施例6 : プロパギルアルコール使用)

3-フェニルプロピオン酸プロパギルの合成 ¹H-NMR換算収率 91%

ジクロロメタン20.4 g (6.8 wt倍)、3-フェニルプロピオン酸3.0 g (20.0 mmol) を取り、5°C以下に冷却した。トリエチルアミン0.20 g (0.1 mol倍)、プロパギルアルコール1.3 g (1.2 mol倍) 及びDMT-MM 6.24 g (1.0 mol倍) を仕込み、0.5時間攪拌した。0.5時間後、DMAP 0.24 g (10 mol%) を投入し、5°C以下で1時間熟成後、30°Cまで昇温、2時間同温にて攪拌した。

反応液を5°C以下に冷却・濾過し、希塩酸を加え、分液した。有機層を水、10%炭酸水素カリウム水溶液(×2)、水、20%塩化ナトリウム水溶液で順次洗浄後、硫酸マグネシウムで乾燥・濾過した。濾液を減圧濃縮し、無色油状物質として3-フェニルプロピオン酸プロパギルを¹H-NMR換算収量3.4 g、換算収率91%、LC純度94.1%で得た。

バルクスケールでのご提供が可能となっておりますので、純正化学HPのお問合せフォームより、お気軽にお声がけください。

<https://www.junsei.co.jp/contents/toiawase.html>

