

ПРОСТОЙ И УДОБНЫЙ СИНТЕЗ ДИ(Н-БУТИЛ)КАРБОНАТА-(карбонил- ^{13}C)

© 2023 г. Д. В. Трухин*, О. Ю. Рогожникова, О. И. Сальникова, В. М. Тормышев

ФГБУН «Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН»,
Россия, 630090 Новосибирск, просп. Акад. Лаврентьева, 9
*e-mail: trukhin@nioch.nsc.ru

Поступила в редакцию 30.08.2022 г.

После доработки 10.09.2022 г.

Принята к публикации 11.09.2022 г.

Взаимодействие карбоната серебра- ^{13}C , полученного из доступного карбоната бария- ^{13}C , с 1-йодбутаном позволяет получить ди(н-бутил)карбонат-(карбонил- ^{13}C) с высоким выходом простым и удобным для использования в лаборатории способом.

Ключевые слова: ди(н-бутил)карбонат-(карбонил- ^{13}C), ^{13}C -обогащенные органические соединения

DOI: 10.31857/S0514749223060071, **EDN:** FBVBNHY

ВВЕДЕНИЕ

Органические соединения, селективно меченные изотопом ^{13}C , востребованы в различных областях современной науки. Для их синтеза в качестве источника изотопной метки принято использовать относительно простые вещества, выбор которых определяется рядом факторов, в число которых наряду со спецификой применяемых химических процедур входят доступность и цена реагента. В этой роли часто выступают диэтил- и диметилкарбонат-(карбонил- ^{13}C), с помощью которых может быть осуществлен целый ряд химических превращений, таких как С-этоксикарбонилирование карбанионов и других нуклеофилов [1, 2], синтез кетонов [3, 4], третичных спиртов [5, 6], синтез гетероциклических соединений [7–9] и многих других. Однако указанные выше вещества, несмотря на представленность в ряде специализированных каталогов, остаются малодоступными и весьма дорогими реагентами. На их фоне привлекательно выглядят неорганические соединения углерода- ^{13}C , в частности, карбонат бария- ^{13}C .

В ходе проводимых нами исследований в области синтеза и биомедицинских приложений стабильных радикалов триарилметильного ряда

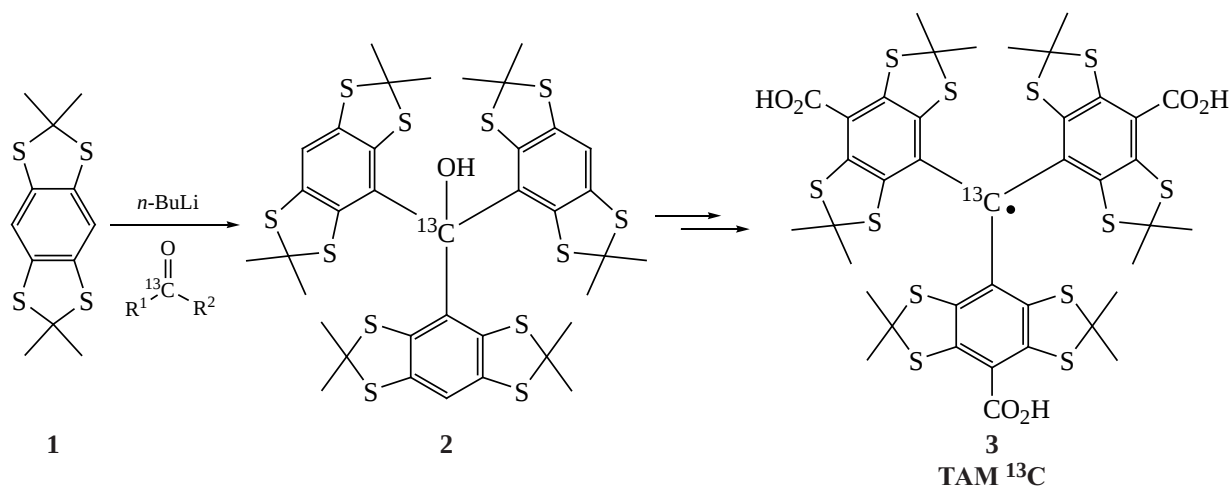
(ТАМ) [6, 10–13] возникла необходимость в получении ТАМ- ^{13}C **3**, меченного по центральному атому углерода.

Отметим, что в основе конструирования подобных соединений [6, 14] лежит реакция литийорганических производных с безводным диалкилкарбонатом или алкилхлорформиатом высокой степени чистоты (схема 1).

Указанные обстоятельства определили направленность настоящей работы на поиск эффективного метода синтеза меченного по карбонильной группе диалкилкарбоната, пригодного для последующего получения радикала ТАМ- ^{13}C . Меченый карбонат бария выбран нами в качестве исходного реагента и источника изотопа ^{13}C .

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Ранее был предложен подход [15] к синтезу диэтилкарбоната-(карбонил- ^{13}C), предполагающий получение меченой формы карбоната серебра **4** с последующим переводом полученной соли в целевой продукт **5** реакцией с йодэтаном (схема 2). В этом исследовании было показано, что необходимым условием глубокой конверсии **4** в **5** является использование тетраэтиламмония йодида в роли

Схема 1. Подход к синтезу TAM-¹³C [6, 14]

катализатора, образующегося *in situ* из триэтиламина и йодэтана [15]. Одновременно применительно к этой реакции отмечается предпочтительность использования диметилформамида (ДМФА) в качестве растворителя. Конечный продукт извлекается экстракцией реакционной смеси гексаном.

Удовлетворительно высокий выход карбоната **5** составлял 60–85% на две стадии. Однако следует отметить, что эта оценка относится к продукту, представленному в форме раствора в гексане. Этот экстракт содержит примеси [15], в том числе триэтиламин и ДМФА в заметных количествах. Разумеется, использование карбоната **4** в предлагаемом виде вполне допустимо для многих химических превращений, однако для рассматриваемого нами случая требуется наличие индивидуальной формы диэтилкарбоната высокой чистоты.

Наша работа по усовершенствованию оригинальной литературной методики [15] включала серию модельных экспериментов с использованием в качестве исходного реагента немеченого карбоната бария. Варьирование условий экстракции и фракционной перегонки получаемых растворов позволило избавиться от примесей ДМФА и триэтиламина, однако достигаемый при этом выход немеченой формы индивидуального карбоната **5**

был недопустимо низким (12–15%), причем конечный продукт был заметно загрязнен экстрагентом. Примечательно, что абсолютно большая часть целевого диэтилкарбоната (55–75%) содержалась во фракциях, относящихся к предварительно отгоняемому гексану. В этой связи представлялось разумным предположить, что причиной указанных эффектов, в первую очередь – низкий выход индивидуального продукта, является высокая летучесть диэтилкарбоната при нормальной температуре кипения *n*-гексана (69°C). Переход к экстрагентам с меньшими значениями нормальной температуры кипения потенциально мог бы разрешить указанную выше проблему, однако наши опыты с использованием пентана, хлористого метилена и диэтилового эфира не привели к сколько-нибудь значимому увеличению выхода.

Альтернативный подход предусматривал переход от диэтилкарбоната (нормальная температура кипения 126°C) к диалкилкарбонатам, характеризующимся меньшей летучестью, например, ди(*n*-пропил)карбонату (нормальная температура кипения 168°C) или ди(*n*-бутил)карбонату (206°C). Использование сведений о значениях стандартных энтальпий испарения ряда диалкилкарбонатов [16, 17] позволило рассчитать со-

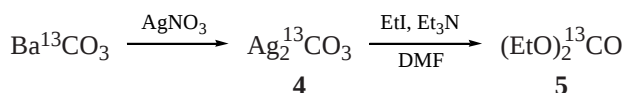
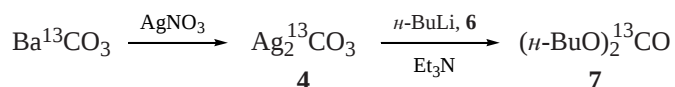
Схема 2. Синтез диэтилкарбоната-(карбонил-¹³C) (**5**) [15]

Схема 3. Синтез ди(*n*-бутил)карбоната-(карбонил- ^{13}C) (7)

отношение давлений их насыщенных паров при температуре фракционной отгонки гексана из бинарного раствора карбонат–гексан (69°C). В частности, в ряду диэтилкарбонат, ди(*n*-пропил)карбонат и ди(*n*-бутил)карбонат оно составило 24.1:5.0:1. В этих условиях насыщенные пары ди(*n*-бутил)карбоната имеют весьма низкое давление $(6.15 \pm 0.09) \times 10^{-3}$ бар, что позволяет рассчитывать на многократное снижение доли карбоната в бинарной равновесной газовой смеси диалкилкарбонат–гексан при фракционной отгонке гексана из экстракта и, тем самым, на минимизацию потерь ди(*n*-бутил)карбоната, синтезируемого в качестве целевого продукта. В случае ди(*n*-пропил)карбоната давление насыщенных паров при 69°C относительно велико и составляет $(3.09 \pm 0.08) \times 10^{-2}$ бар, поэтому ожидаемый эффект должен быть менее выраженным.

В связи с изложенным мы нацелили настоящую работу на поиск эффективной методики синтеза ди(*n*-бутил)карбоната, меченного изотопом ^{13}C по карбонильной группе (схема 3). В качестве исходного носителя изотопной метки был выбран $\text{Ba}^{13}\text{CO}_3$ с обогащением по изотопу ^{13}C на глубину 99%.

Реализация первой стадии, нацеленной на синтез карбоната **4**, показала возможность отказа от многократного избытка нитрата серебра, рекомендованного в оригинальной методике [15], и сведения загрузки этого реагента до уровня, близкого к требованиям стехиометрии (см. экспериментальную часть). Это было достигнуто сочетанием периодической ультразвуковой обработки $\text{Ba}^{13}\text{CO}_3$, суспендированного в водном растворе нитрата серебра, и энергичного перемешивания этой гетерофазной системы. Указанный прием обеспечил получение карбоната **4** с количественным выходом.

Получение карбоната **7** было достигнуто в реакции $\text{Ag}_2^{13}\text{CO}_3$ с 1-йодбутаном при использовании ДМФА в качестве растворителя в присутствии межфазного катализатора (*n*-бутилтриэтиламин йодида). Последний генерируется *in situ* из триэтиламина и 1-йодбутана (см. эксперимен-

тальную часть). Вполне допустимо использование межфазного катализатора, приготовленного заранее и вносимого в реакционную систему в виде индивидуальной кристаллической соли. Замена триэтиламина на трибутиламин не сказывается на выходе и чистоте получаемого продукта, но сопровождается заметным увеличением продолжительности реакции.

Контроль хода реакции осуществлялся с помощью периодического отбора проб и их анализа методом ПМР. Последующая процедура выделения полностью подтвердила упомянутые выше предположения о преимуществе перехода от диэтилкарбоната к ди(*n*-бутил)карбонату. Так, при водной обработке раствора продукта в гексане удалось полностью удалить примеси ДМФА и триэтиламина с минимальными потерями целевого вещества. Дальнейшее удаление гексана – сначала при нормальном, затем при пониженном давлении – и последующая дистилляция продукта позволили получить ранее не описанный ди(*n*-бутил)карбонат-(карбонил- ^{13}C) с препаративным выходом 88% и СОВ > 99.5%.

Степень изотопного обогащения в полученном соединении, вычисленная с использованием методов масс-спектрометрии, составила $98.0 \pm 2.1\%$, что совпадает с уровнем обогащения исходного $\text{Ba}^{13}\text{CO}_3$. Следует отметить, что общность химических процессов, применяемых в синтезе меченных изотопами углерода соединений [15], позволяет предложить вышеизложенный метод и для получения ди(*n*-бутил)карбонат-(карбонил- ^{14}C).

Проверка эффективности использования карбоната **7** в органическом синтезе с участием металлоорганических соединений была выполнена на примере получения триариаметанола **2**, меченного изотопом ^{13}C по центральному атому углерода. Перевод арена **1** [18] в монолитированную форму и последующая реакция полученного производного с карбонатом **7** позволили получить триариаметанол **2** с выходом 70%. Чистота и выход полученного продукта не отличаются от характеристик немеченых аналогов, полученных

ранее при использовании диэтилкарбоната [18] или метилхлорформиата [14] в качестве реагентов. Описание синтеза радикала ТАМ-¹³C и его приложений будет дано в последующих публикациях.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР ¹H и ¹³C растворов индивидуальных соединений в CDCl₃ (концентрация 5 масс %) регистрировали на спектрометре Bruker AM 400 (ФРГ) (рабочие частоты 400.13 МГц для ¹H и 100.61 МГц для ¹³C) и Bruker DRX 500 (ФРГ) (рабочие частоты 500.13 МГц для ¹H и 125.77 МГц для ¹³C). В качестве внутренних стандартов при записи спектров ЯМР ¹H использованы остаточные сигналы CHCl₃ (δ_H 7.26 м.д.), а при записи спектров ЯМР ¹³C – сигнал CDCl₃ (δ_C 77.16 м.д.). Регистрация масс-спектров среднего разрешения проводилась с помощью системы ГХ/МС Hewlett-Packard 5890/II (США), оснащенной квадрупольным масс-спектрометром HP MSD 5971. Регистрация масс-спектров высокого разрешения проведена на спектрометре DFS Thermo Fisher Scientific (США) с ионизацией образцов методом электронного удара, энергия ионизирующих электронов 70 эВ. Температуру плавления измеряли на нагревательном столике Voëtius и не корректировали. Используемые растворители квалификации «ч» и «осч» очищали по стандартным методикам с последующей их перегонкой. Ультразвуковую обработку реакционных смесей производили в ультразвуковой бане Bandelin RK 103 H (ФРГ). В работе использованы коммерческие реактивы фирм «Aldrich», «Sigma» (США) и «Acros Organics BVBA» (Бельгия) с чистотой 98–99%. Карбонат бария-¹³C фирмы Cambridge Isotope Lab (США) имел обогащение по ¹³C 99%.

Карбонат серебра-¹³C (4). Получен аналогично методике [15] с изменениями, состоявшими в четырехкратном уменьшении загрузки нитрата серебра, полностью скомпенсированном увеличением продолжительности реакции и периодической обработкой реакционной смеси ультразвуком. Все работы по синтезу и использованию Ag₂¹³CO₃ проводили в защищенных от прямого солнечного и искусственного света условиях, что обусловлено светочувствительностью карбоната серебра [15].

В круглодонную колбу емкостью 100 мл, обернутую алюминиевой фольгой и снабженную эф-

фективным магнитным якорем, помещали 1.98 г (10 ммоль) карбоната-¹³C бария, 5 г (29.4 ммоль, обогащение по изотопу ¹³C 99%) нитрата серебра и 20 мл H₂O. Смесью перемешивали в течение 1 сут с периодической (6–8 раз) обработкой ультразвуком. Первоначально присутствующая легкая белая суспензия Ba¹³CO₃ превращалась в обильный трудноперемешиваемый осадок Ag₂¹³CO₃ кремового цвета. Осадок отфильтровывали на предварительно взвешенном стеклянном пористом фильтре, промывали водой (3×10 мл), ацетоном (10 мл) и диэтиловым эфиром (10 мл), после чего сушили в вакуум эксикаторе до постоянной массы. Выход 2.76 г (99.7%). Полученный Ag₂¹³CO₃ использовали на следующей стадии без дополнительной очистки. Допускается длительное, до нескольких месяцев, хранение полученного кристаллического материала. В этом случае необходимо исключить контакт материала со светом.

Ди(*n*-бутил)карбонат-(карбонил-¹³C) (7). В широкогорлую колбу емкостью 100 мл, обернутую алюминиевой фольгой и снабженную эффективным магнитным якорем, помещали 11.44 г (7.1 мл, 62.18 ммоль) 1-йодбутана (6), 1.45 г (2 мл, 14.3 ммоль) триэтиламина и 20 мл ДМФА. Колбу защищали от атмосферных влаги и углекислого газа трубкой, заполненной смесью CaCl₂ и NaOH. Содержимое реакционной колбы перемешивали трое суток, что обеспечивает полноту превращения триэтиламина в *n*-бутилтриэтиламмония йодид.

К полученному светло-желтому раствору добавляли Ag₂¹³CO₃ (4), 2.76 г (10 ммоль) и перемешивали смесь в течение двух сут с регулярной (8–10 раз) ее обработкой ультразвуком (1–2 мин). Далее для связывания избытка 1-йодбутана, добавили вторую порцию триэтиламина, 9.4 г (6.8 мл, 48.9 ммоль) и перемешивали реакционную смесь трое суток с периодической (6–8 раз) обработкой ультразвуком. С этого момента защита от прямого солнечного и искусственного света уже не требуется.

В реакционную смесь добавили 40 мл гексана и перемешивали 12 ч, после чего содержимое колбы фильтровали через стеклянный пористый фильтр. Осадок на фильтре промывали 3 мл ДМФА и гексаном (3×15 мл). К образовавшейся двухфазной

системе добавили 5 мл фосфатного буфера (pH 7) и 5 мл насыщенного раствора NaCl, энергично перемешивали 15 мин, после чего фильтровали, осадок промывали 15 мл гексана. Водный слой отделяли, а органический слой дважды промывали 15 мл 10% раствора NaHSO₄, затем 10 мл 20% раствора NaCl, сушили Na₂SO₄ и фильтровали. Из полученного раствора при нормальном давлении отгоняли растворитель в стандартном приборе для дистилляции с короткой (10 см) колонкой Вигре, постепенно повышая температуру бани до 95°C. Кубовый остаток перенесли в колбу емкостью 10 мл, снабженную насадкой воротничкового типа для перегонки жидкостей. Отгоняли остаток гексана при температуре бани 45°C и давлении 45–50 мм рт.ст., затем продукт реакции – при 90°C и давлении 12–13 мм рт.ст. Выход 1.54 г (8.8 ммоль, 88%). Спектр ЯМР ¹H (CDCl₃), δ, м.д.: 0.94 т (6H, 2CH₃, J 7.4 Гц), 1.34–1.46 м (4H, 2CH₂CH₃), 1.60–1.68 м (4H, 2CH₂CH₂CH₂), 4.11 тд (4H, CH₂O, J 6.6, 2.8 Гц). Спектр ЯМР ¹³C (CDCl₃), δ, м.д.: 13.81 (CH₃), 19.07 (CH₃CH₂), 30.80 д (CH₂CH₂CH₂, J 2.0), 67.86 (OCH₂), 155.60 (CO). Определение содержания изотопной метки выполнено с привлечением масс-спектров среднего разрешения меченого образца 7 и его немеченого аналога. Использование процедуры, описанной в работе [19], позволило определить избыточное над природным содержание изотопа ¹³C, составившее 96.9±2.1%. Масс-спектр (GHMS): полное обогащение, включая природный вклад, составило 98.0±2.1%, что в пределах полученной погрешности совпадает с обогащением исходного карбоната бария.

Трис (2,2,6,6-тетраметилбензо[1,2-*d*;4,5-*d'*]-бис[1,3]дитиол-4-ил)метанол (2). Суспензию, полученную из арена 1 [18] (4.11 г, 14.4 ммоль) и гидрида натрия (60% паста в минеральном масле, 0.19 г) в абсолютном серном эфире (45 мл) перемешивали при комнатной температуре в течение ночи под аргоном. По каплям с использованием шприца в течение 1 ч добавляли 2.5 М раствор *n*-BuLi в гексане (6.3 мл, 15.8 ммоль, 1.1 экв). Густая суспензия перемешивалась 24 ч, после чего по каплям в течение 4 ч был добавлен раствор карбоната 7 (0.726 г, 4.17 ммоль, 0.29 экв) в безводном гексане (3.0 мл). После перемешивания полученной оранжевой суспензии при комнатной температуре в течение 48 ч погасили реакцию медленным добавлением

этанола (2 мл) и водного раствора хлористого аммония (2М, 15 мл). Добавили хлористый метилен (15 мл), тщательно перемешали двухфазную систему, а затем отделили органический слой. Водную фазу экстрагировали хлористым метиленом (3×10 мл). Объединенный органический экстракт промыли водным раствором HCl (0.2 М, 5 мл), фильтровали через короткий слой силикагеля, и концентрировали фильтрат в вакууме. Полученный твердый материал кипятили в смеси гексана (12 мл) и четыреххлористого углерода (12 мл) в течение 20 мин. Продукт (тонкая пудра бледно-желтого цвета) выделен фильтрацией с последующей промывкой на фильтре смесью гексан–CCl₄ (1:1, 3×3 мл) и высушиванием в вакууме. Выход 70.0%, т.пл. > 230°C с разложением. ИК спектр, ν, см⁻¹: 2970, 2955, 2920, 2910, 1451, 1433, 1375, 136 3, 1340, 1288, 1248, 1167, 1148, 1122, 785, 760, 656. ЯМР ¹H (CDCl₃), δ, м.д.: 1.67 с (9H, CH₃), 1.71 с (9H, CH₃), 1.80 с (9H, CH₃), 1.81 с (9H, CH₃), 6.25 д (1H, OH, J 2.4 Гц), 7.17 с (3H, CH_{аром}). Спектр ЯМР ¹³C (CDCl₃), δ, м.д.: 27.67 (CH₃), 29.28 (CH₃), 32.30 (CH₃), 34.94 (CH₃), 63.53 (SCS), 64.21 (SCS), 83.73 (¹³COH), 118.35 (CH), 131.93 д (C_{аром}, J_{CC} 49.8 Гц), 137.33 д (C_{аром}, J_{CC} 3.5 Гц), 137.91 д (C_{аром}, J_{CC} 2.8 Гц), 138.39 (C_{аром}), 139.33 д (C_{аром}, J_{CC} 2.7 Гц). Масс-спектр (HRMS, ESI), *m/z*: 884.9755. C₃₆¹³C₁H₄₀O₁S₁₂. *M* 884.9757. Масс-спектр (GHMS): полное обогащение изотопом ¹³C, включая природный вклад, составляет 98.2±1.6%.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложен удобный и простой метод синтеза нового источника изотопной метки ¹³C – ди(*n*-бутил)карбоната-(карбонил-¹³C). На примере получения триариаметанола, меченого изотопом ¹³C по центральному атому углерода, показана эффективность использования полученного реагента в реакциях с участием чувствительных к примесям литийорганических соединений.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают благодарность химическому сервисному центру коллективного пользования СО РАН за проведение спектральных и аналитических измерений.

ФОНДОВАЯ ПОДДЕРЖКА

Работа выполнена при финансовой поддержке бюджетного финансирования по государственному

заданию НИОХ СО РАН (проект 1021051503138-6-1.4.1, ДВТ, ОЮР, ОИС) и Российского Научного Фонда (проект 21-14-00219, ВМТ).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Трухин Дмитрий Владимирович, ORCID: <https://orcid.org/0009-0009-9129-7121>

Рогожникова Ольга Юрьевна, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3857-2261>

Тормышев Виктор Михайлович, ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4975-9993>

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Mathieu J., Weill-Raynal J. *Formation of C–C Bonds*. Stuttgart: Thieme. **1973**, 1.
- Stowell J.C. *Carbanions in Organic Synthesis*. New York: Wiley and sons. **1979**, 5, 6. doi 10.1016/S0022-328X(00)85925-2
- Radinov R., Haimova M., Simova E. *Synthesis*. **1986**, 1986, 886–891. doi 10.1055/s-1986-31817
- Chen G.J., Chen L.S. *J. Fluorine Chem.* **1991**, 55, 119–129. doi 10.1016/S0022-1139(00)80113-X
- Colle T.H., Lewis E.S. *J. Am. Chem. Soc.* **1979**, 101, 1810–1814. doi 10.1021/ja00501a03
- Rogozhnikova O.Yu., Vasiliev V.G., Troitskaya T.I., Trukhin D.V., Mikhulina T.V., Halpern H.J., Tormyshev V.M. *Eur. J. Org. Chem.* **2013**, 2013, 3347–3345. doi 10.1002/ejoc.201300176
- Schulz K.-H., Heine H.-G., Hartmann W. *Org. Synth., Coll. Vol.* **1990**, 7, 149–154. doi 10.15227/orgsyn.062.0149
- Ito Y., Sasaki A., Tamoto K., Sunagawa M., Terashima, S. *Tetrahedron*. **1991**, 47, 2801–2820. doi 10.1016/S0040-4020(01)87086-1
- Gage J.R., Evans D.A. *Org. Synth., Coll. Vol.* **1993**, 8, 528. doi 10.15227/orgsyn.068.0083
- Chubarov A., Spitsyna A., Krumkacheva O., Mitin D., Suvorov D., Tormyshev V., Fedin M., Bowman M.K., Bagryanskaya E. *Molecules*. **2021**, 26, 108. doi 10.3390/molecules26010108
- Joseph B., Ketter S., Gopinath A., Rogozhnikova O., Trukhin D., Tormyshev V.M., Bagryanskaya E.G. *Chem. Eur. J.* **2021**, 27, 2299–2304. doi 10.1002/chem.202004606
- Рогожникова О.Ю., Трухин Д.В., Асанбаева Н.Б., Тормышев В.М. *ЖОрХ*. **2021**, 57, 820–831. [Rogozhnikova O.Yu., Trukhin D.V., Asanbaeva N.B., Tormyshev V.M. *Russ. J. Org. Chem.* **2021**, 57, 905–913.] doi 10.1134/S107042802106004X
- Tormyshev V., Chubarov A., Krumkacheva O., Trukhin D., Rogozhnikova O., Spitsyna A., Kuzhelev A., Koval V., Fedin M., Godovikova T., Bowman M., Bagryanskaya E.G. *Chem. Eur. J.* **2020**, 26, 2705–2712. doi 10.1002/chem.201904587
- Poncellet M., Driesschaert B. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2020**, 59, 16451–16454. doi 10.1002/anie.202006591
- Porter W.R., Spitznagle L.A., Trager W.F. *J. Labelled Comp. Radiopharm.* **1976**, XII, 577–582. doi 10.1002/jlcr.2580120415
- Rodríguez A., Canosa J., Domínguez A., Tojo J. *J. Chem. Eng. Data*. **2002**, 47, 1098–1102. doi 10.1021/je010260b
- Kozlova S.A., Emel'yanenko V.N., Georgieva M., Verevkin S.P., Chernyak Y., Schäffner B., Börner A. *J. Chem. Thermodyn.* **2008**, 40, 1136–1140. doi 10.1016/j.jct.2008.02.012
- Rogozhnikova O.Yu., Vasiliev V.G., Troitskaya T.I., Trukhin D.V., Mikhulina T.V., Halpern H.J., Tormyshev V.M. *Eur. J. Org. Chem.* **2013**, 2013, 3347–3345. doi 10.1002/ejoc.201300176
- Tormyshev V.M., Gauhman A.P. *Izv. Sib. Otd. Akad. Nauk SSSR. Ser. Khim. Nauk.* **1976**, 4, 111–116.

A Facile and Convenient Synthesis of Di(*n*-butyl)carbonate-(carbonyl- ^{13}C)

D. V. Trukhin*, O. Yu. Rogozhnikova, O. I. Salnikova, and V. M. Tormyshev

*N.N. Vorozhtsov Novosibirsk Institute of Organic Chemistry, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences,
prosp. Lavrentieva, 9, Novosibirsk, 630090 Russia*

**e-mail: trukhin@nioch.nsc.ru*

Received August 30, 2022; revised September 10, 2022; accepted September 11, 2022

Reaction of silver- ^{13}C carbonate, obtained from readily available barium- ^{13}C carbonate, with 1-iodobutane resulted in formation of di(*n*-butyl)carbonate-(carbonyl- ^{13}C) isolated in high yield via simple and convenient laboratory procedure.

Keywords: di(*n*-butyl)carbonate-(carbonyl- ^{13}C), ^{13}C -enriched organic compounds