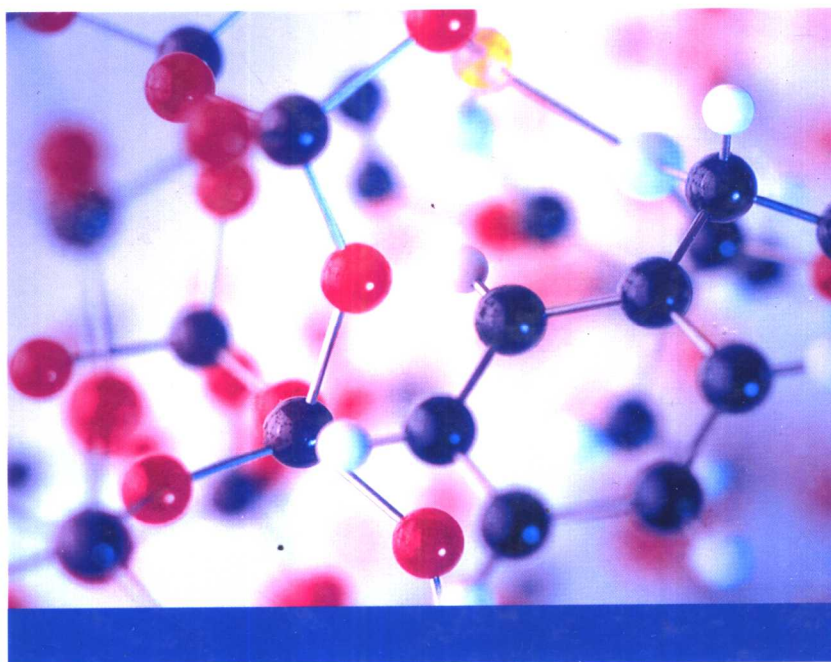


章思规 章伟 编著

精细化学品及 中间体手册

下 卷



Chemical Industry Press



化学工业出版社
化学与应用化学出版中心

精细化学品及中间体手册

下 卷

章思规 章 伟 编著

化学工业出版社

化学与应用化学出版中心

· 北 京 ·

编写说明

本手册编入近 3000 个条目，每一条目介绍一种产品，有些条目还包括了衍生物和中间产物以及系列产品的生产方法，介绍的产品总数约 4500 种。收入的品种限在国内外市场已经商品化的单一组分的有机物质（少数天然物质除外），包括少量起始原料、基础有机原料、基本有机原料、通用中间体、专用中间体，也包括已具备商品功能的纯组分与精细化学品。重点介绍有机中间体，侧重于精细有机化学品在 20 世纪末至 21 世纪初（1990~2003 年）近十余年的新进展，特别是中间体的新品种、新技术、新用途，而且十分重视生物资源化工产品开发利用的最新发展。

大部分条目按条目标题（中文名称、英文名称）、其他名称、结构式、分子式和相对分子质量、性状、生产方法、用途、参考文献等顺序作介绍。

1. 条目 按英文品名的字母顺序排列。条目标题的英文品名按英文习惯（例如，遵守以字母顺序安排基团的原则），优先采用国际非专利药名（INN）、ISO 推荐的农药通用名，条目标题的中文名称一般采用对译。

其他名称列入较常使用的俗名，美国化学文摘（CA）第 9 次累积索引命名的名称。

每一条目给一个编号（条目号），在条目号下面带方括号的是美国化学文摘（CA）登录号。

2. 分子式 依据希尔体系（Hill convention），即先排 C，H，然后按其他原子的字母顺序排列。水合物、盐酸盐等在分子式中用 H_2O ， HCl 等表示。

3. 性状 除注明外，沸点是指 0.1MPa 下的数据，折射率是指 20℃、对钠 D 线的数据，闪点是闭杯式数据。本部分介绍基础性质，优先选用 CRC 数据。功能性质通常在用途中介绍。

4. 生产方法 优先介绍工业生产采用（或曾采用）的主要方法。有的品种商品量很小，或老产品开发的新工艺，则着重介绍实验室成果。绝大多数产品都列出了一种或多种制备实例。

本手册介绍精细化学品的合成技术，是专用化学品的核心基础。通过专用化技术，一种精细化学品可以制成多种专用化学品，例如分离纯化、晶型转变、拆分技术、复配增效、剂型加工，将同一种分子结构的精细化学品（有人归纳为无差别产品）衍生成满足不同应用的最终商品（有差别产品）。虽然这一过程技术不是本手册的介绍范围，但对重点产品的用途介绍中，也作出了概述。

5. 参考文献 以介绍产品合成、制造、分离、衍生物、应用和综述性文章为主，列出了重要工具书和期刊。期刊缩写与美国化学文摘资料来源索引（CASSI）一致。较多出现的几种工具书的表示方法如下。

Beil., 7 (4), 505 指 Beilsteins Handbuch der Organischen Chemie, 即《拜耳斯坦有机化学手册》，第 7 卷第 4 补编第 505 页。对第 5 补编，在卷号和补编号之前插入分册号，例如 22, 9, (5), 106。

Fieser 指 Fieser and Fieser's Reagents for Organic Synthesis, 即《有机合成试剂》，之后标出卷号和页码。

Org. Synth., 指 Organic Synthesis (Wiley 有机合成丛书)。

Merck Index 指 The Merck Index, 即《默克索引》，第 12 版及第 13 版，之后标出条

目号。

本手册附有分子式索引、化学文摘(CA)登录号索引和中文标题名称索引。

本手册大部分条目取材于上海晨日化学有限公司的“产品技术库”。上海晨日化学有限公司跟踪国内外精细有机化学品的技术进展,在十多年中积累了上万种产品的工艺资料,其中的老产品新工艺、国内外市场新需求的中间体以及老产品出现的新用途,是创造经济效益、推进技术进步的三个重要方面。晨日公司开发的新工艺,有的品种迅速占领了国内外绝大部分市场,销售额已超亿元。开发的咪唑和苯并咪唑系列产品向电子行业拓展应用,保持了领先地位。在定制化学品领域,特别注重新的中间体和新的反应试剂,承诺“化学工作者帮助化学工作者”(chemists helping chemists),为新产品开发者提供市场缺乏的新化合物。晨日公司还愿意把这种信息产品以本手册的形式提供给国内外同行和广大用户,为精细化工的发展共同努力。

在本书编写过程中,得到多方面的指导和帮助,特别要感谢上海图书馆和上海科学技术情报研究所为公众提供的优秀服务,特别感谢化学工业出版社的鼓励和支持。

编写本书的工作量很大,编者能力有限,不妥之处欢迎读者提出批评。

编 者

2004年3月于上海化工区

内 容 提 要

本手册编入精细有机化学品近 4500 种。介绍的内容包括：产品名称、结构式、分子式和相对分子质量、性状、生产方法、用途、参考文献。重点介绍十余年来国内外根据市场需求开发中间体的最新进展，重要中间体的新品种、新技术、新用途，包括生物资源化工产品开发利用的最新发展。

为了查阅方便，本书正文按英文名称的字母顺序排列，书末附有分子式索引、化学文献（CA）登录号索引和中文标题名称索引。

本书可供从事精细化工产品开发研究、规划设计、生产经营和销售方面的人员阅读。

目 录

手册正文	
上卷 A~G	1
下卷 H~Z	965
主要参考文献	1843
分子式索引	1844
化学文摘 (CA) 登录号索引	1874
中文标题名称索引	1894

H h

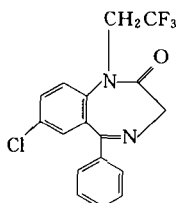
哈拉西洋
Halazepam

20878

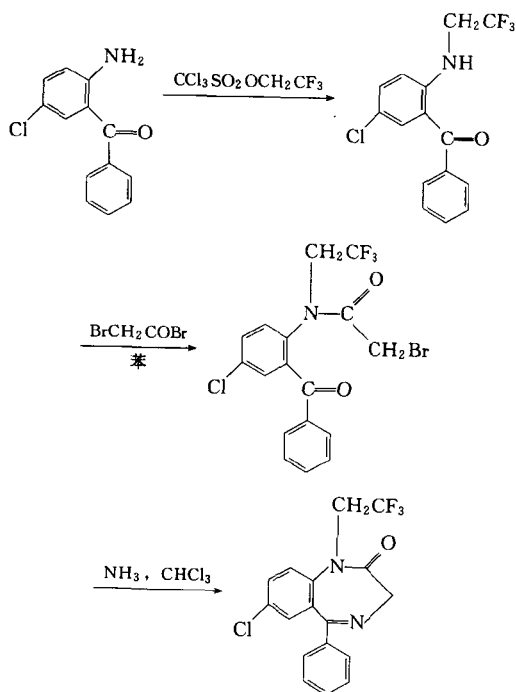
[23092-17-3]

其他名称 7-Chloro-1,3-dihydro-5-phenyl-1-(2,2,2-trifluoro-ethyl)-2H-1,4-benzodiazepin-2-one

结构式

分子式和相对分子质量 $C_{17}H_{12}ClF_3N_2O$ 352.74性状 熔点 $164\sim 166^{\circ}C$ 。溶于乙醚、氯仿、二氯甲烷、丙酮。

生产方法



1. 2-(2,2,2-三氟乙基氨基)-5-氯二苯酮 在反应瓶中, 加入 2-氨基-5-氯-二苯酮 100g (0.43mol)、

三氯甲磺酸 2,2,2-三氟乙酯 61g (0.23mol), 于 $160^{\circ}C$ 搅拌 5h, 反应毕, 冷却至室温, 加入乙醚 2L, 滤除固体, 回收乙醚, 加入苯 500ml, 滤除悬浮物, 回收溶剂得油状剩余物 80g, 用最少量的环己烷-苯 (2:1) 的混合液溶解, 通过硅胶柱色谱纯化 [洗脱剂: 环己烷-甲醇 (2:1)], 合并洗提液, 浓缩, 冷却, 析出结晶, 得 2-(2,2,2-三氟乙基氨基)-5-氯二苯酮 40.2g (56%), 熔点 $99\sim 100^{\circ}C$ 。

2. 2-[N-(2,2,2-三氟乙基)- α -溴乙酰氨基]-5-氯二苯酮的制备 在干燥反应瓶中, 加入 2-(2,2,2-三氟乙基氨基)-5-氯二苯酮 40.0g (0.13mol)、苯 750ml 和 α -溴乙酰溴 31g (0.15mol), 加热搅拌回流 3h。反应毕, 水洗, 无水硫酸钠干燥, 回收溶剂, 冷却, 析出固体, 得粗品 2-[N-(2,2,2-三氟乙基)- α -溴乙酰氨基]-5-氯二苯酮。用环己烷重结晶, 得精品 2-[N-(2,2,2-三氟乙基)- α -溴乙酰氨基]-5-氯二苯酮 52.1g (94%), 熔点 $115\sim 117^{\circ}C$ 。

3. 哈拉西洋的合成 在反应瓶中, 加入 2-[N-(2,2,2-三氟乙基)- α -溴乙酰氨基]-5-氯二苯酮 52g (0.12mol)、三氯甲烷 1L, 于室温通气 18h。回收溶剂, 冷却, 剩余物用水洗涤后, 用乙醚提取数次, 有机层用水洗涤, 无水硫酸钠干燥, 回收溶剂, 冷却, 析出固体, 得粗品哈拉西洋。用丙酮-石油醚重结晶, 得精品哈拉西洋 30g (71%), 熔点 $164\sim 166^{\circ}C$ 。

用途 抗焦虑药。

参考文献

- 1 Merck Index, 12, 4619
- 2 US 3429874. 1969
- 3 J. Med. Chem., 1973, 16, 1354
- 4 FR 2470119. 1981
- 5 DE 2508332. 1975
- 6 US 3641147. 1972

卤沙唑仑

20925

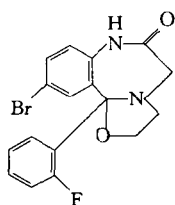
Haloxazolam

[59128-97-1]

其他名称 10-Bromo-11b-(2-fluorophenyl)-2,3,7,11b-tetrahydrooxazolo[3,2-d]-[1,4]-benzodiazepin-

6(5H)-one

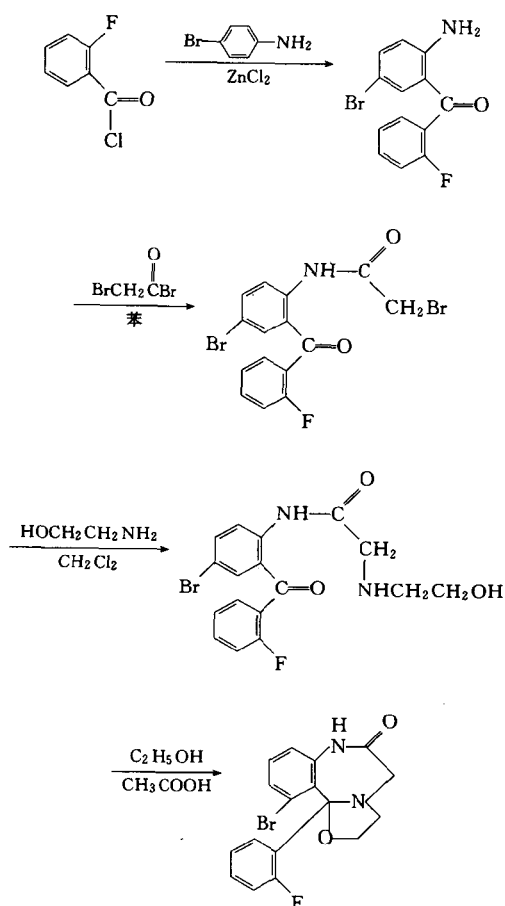
结构式



分子式和相对分子质量 $C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$ 377.21

性状 白色结晶或结晶性粉末。熔点 $185^{\circ}C$ ，易溶于冰醋酸、氯仿，溶于丙醇、甲醇、无水乙醇、苯，几乎不溶于水。无臭，无味。

生产方法



1. 2-氨基-5-溴-2'-氟二苯酮的制备 在干燥反应瓶中，加入 2-氟苯甲酰氯 552g (3.48mol)，于搅拌下加入 4-溴苯胺 236g (1.37mol)。升温至 $180^{\circ}C$ ，加氯化锌 230g (1.69mol)，缓缓升温至 $220\sim 230^{\circ}C$ ，保持此温度直至不再产生氯化氢为止 (约 $1\sim 2h$)。冷却至 $120^{\circ}C$ ，小心地与水混合，混合物加热回流。

倾出热水层，并重复操作 $2\sim 3$ 次。最后将褐色物质水溶液和水 350ml、醋酸 500ml 及浓硫酸 650ml 的混合物加热回流 17h。冷却后将均匀的深色溶液注入冰水中，用乙醚提取，有机层用 2mol/L 氢氧化钠溶液中和后浓缩，加入少量石油醚，滤取固体，干燥，得黄色结晶 2-氨基-5-溴-2'-氟二苯酮 322.2g (80%)。

2. 5-溴-2-(2-溴乙酰氨基)-2'-氟二苯酮的制备 在干燥反应瓶中，加入 2-氨基-5-溴-2'-氟二苯酮 294g (1.0mol) 吡啶 96ml、(1.2mol) 和无水苯 2.5L，冰冷却，于搅拌下滴加溴乙酰溴 242g (1.2mol) 和无水甲苯 500ml 的溶液 (滴加过程中保持温度 $10\sim 15^{\circ}C$)。反应后将反应物倾入 2.5L 的冰水中，分离有机层，水层用甲苯提取。合并有机层，用水及食盐水洗至中性。无水硫酸钠干燥，减压回收溶剂。剩余物用乙醇重结晶，得 5-溴-2-(2-溴乙酰氨基)-2'-氟二苯酮 373.5g (90%)。

3. 5-溴-2'-氟-2-[(2-羟基乙氨基)乙酰氨基]-二苯酮的制备 在反应瓶中，加入 2-氨基乙醇 146.4g (2.4mol) 和二氯甲烷 1.5L， $2\sim 3^{\circ}C$ 搅拌下加入 5-溴-2-(2-溴乙酰氨基)-2'-氟二苯酮 415g (1.0mol)。保温继续搅拌反应 30min，室温放置过夜。反应液倾入 3L 冰水中，分出有机层，水层用二氯甲烷提取，合并二氯甲烷层，水洗，无水硫酸钠干燥，减压浓缩。油状剩余物放置后固化。用乙醇和乙醚重结晶，得 5-溴-2'-氟-2-[(2-羟基乙氨基)乙酰氨基]-二苯酮 324g (82%)。

4. 卤沙唑仑的合成 在反应瓶中，加入 5-溴-2'-氟-2-[(2-羟基乙氨基)乙酰氨基]-二苯酮 395g (1.0mol)、乙酸 $2\sim 3ml$ 和乙醇 3L，加热回流 17h。冷却，减压浓缩，剩余物用乙醇重结晶，得卤沙唑仑的白色结晶 283g (75%)，熔点 $179\sim 184^{\circ}C$ 。

用途 镇静催眠药。

参考文献

- 1 Merck Index, 12, 4635
- 2 J. Med. Chem., 1971, 14, 520
- 3 DE 1812252, 1968
- 4 JP 81-20591, 1981
- 5 CA 77, 48521, 1972

新洋茉莉醛

20928

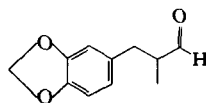
Helional

[1205-17-0]

其他名称 α -甲基-3,4-二氧亚甲基苯丙醛

2-Methyl-3-(3,4-methylenedioxyphenyl)propanal

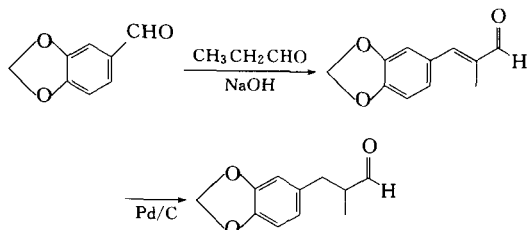
结构式



分子式和相对分子质量 $C_{11}H_{12}O_3$ 192.21

性状 无色液体。沸点 $134 \sim 135^\circ\text{C}$ (399.97Pa)，
相对密度 $d_4^{20} = 1.162$ ，折射率 $1.5330 \sim 1.5360$ ，闪
点 126°C 。

生产方法 洋茉莉醛、丙醛在稀碱存在下进行羟
醛缩合，然后钯-碳催化还原得到产物：



向带有搅拌器、温度计和滴液漏斗的 2000ml 三
口烧瓶中加入 270g 胡椒醛、9g 氢氧化钾（配成乙醇
溶液）、480ml 乙醇。开动搅拌器，通过滴液漏斗慢
慢滴加 140g 丙醛，滴加时间约为 2h，同时注意加料
温度保持在 $15 \sim 20^\circ\text{C}$ 。加料完毕后，在 30°C 下反
应 1h。

反应结束后，用稀盐酸溶液中中和反应混合物，控
制 pH 值为 7。然后通过减压蒸馏回收乙醇，将剩余物
倒入分液漏斗中，用沸水洗 3 次，以除去氯化钾等
盐类杂质。再将分液漏斗中的黄色油状物放入烧杯中，
静置过夜，生成结晶。用适量乙醇洗涤结晶后，再用
乙醇作为溶剂进行重结晶，以除去丙醛自身缩合的副
产物 2-甲基-2-戊烯醛和少量的聚合物，最后得到无色
的亚胡椒基丙醛晶体，经烘箱干燥后，称重为 200g。

将 200g 亚胡椒基丙醛溶于 500ml 乙醇中，然后
将该溶液加入带搅拌器的高压反应釜中，再加入 10g
5% 钯-碳催化剂。用氢气置换高压反应釜中的空气，
然后将反应釜中的氢气压力升至 0.3MPa，在 40°C 和
0.3MPa 氢气压力条件下反应 6h。结束反应，待反应
釜温度降至常温后，将反应釜压力减至常压，再取出
反应混合物。

将反应混合物进行过滤，回收 5% 钯-碳催化剂，
将滤液进行蒸馏，回收乙醇。再进行减压分馏，收集
 $134 \sim 135^\circ\text{C}$ (399.97Pa) 馏分，得到无色液体 121g，
即为新洋茉莉醛。

用途 新洋茉莉醛在自然界中不存在，它是一种
甜的花香调的合成香料，它既具有紫丁香、新刈草、
仙客来等的香气，又具有新鲜甜瓜那样的水果香气。
它可用于仙客来、茉莉、铃兰、紫丁香、玫瑰等几乎
所有的花香调香气的调合，在调配各种化妆香精、皂
用香精时使用它。将它与二氢茉莉酮酸甲酯配合使
用，效果极佳。国际上著名的“蝶欧” (Dior) 厂所
生产的“静静的河” (Eau Sauvage) 和“蝶欧莱拉”

(Diorella) 等名牌香水时，均添加了新洋茉莉醛。它
是一种不可缺少的名贵香料。

天芥菜精

20930

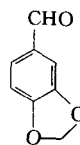
Heliotropine

[120-57-0]

其他名称 胡椒醛；洋茉莉醛；3,4-(亚甲二氧
基)苯甲醛；氧化胡椒醛；天芥菜醛；胡椒甲醛

3,4-Methylenedioxybenzaldehyde; 1,3-Benzodi-
oxole-5-carboxaldehyde; Piperonal; Piperonyl alde-
hyde; Protocatechuic aldehyde methylene ether

结构式

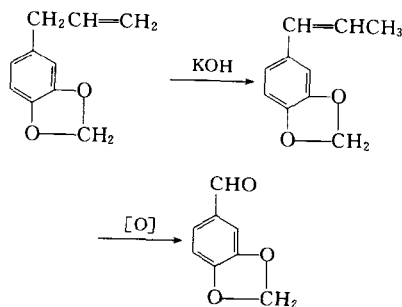


分子式和相对分子质量 $C_8H_6O_3$ 150.13

性状 白色闪光结晶。熔点 37°C ；沸点 263°C 、
 140°C (2.0kPa)， 88°C (66.7Pa)。易溶于乙醇、乙
醚、苯甲酸苄酯、邻苯二甲酸二乙酯，可溶于丙二
醇，难溶于甘油和水 (1 份本品溶于 500 份水)。在
光照下易变质。

生产方法 有两种主要制法。

1. 异黄樟素氧化法 将天然产物黄樟素异构化
为异黄樟素，再用重铬酸钠或臭氧氧化：



(1) 异构化 首先将 100 份黄樟油素和 6 份
50% 的氢氧化钾乙醇溶液放入异构化反应器内，然后
升温到 170°C ，在减压下回流 6h 左右；当反应液的
折射率达到 1.578 时，异构化反应即完成；冷却反应
液，用水洗至中性，再分离除去水分即得到异黄樟
油素。

(2) 重铬酸钠氧化法 投料比为：异黄樟油素：
重铬酸钠：水：对氨基苯磺酸：32% 硫酸 = 1：
1.58：8.4：0.027：6.6 (质量比)。

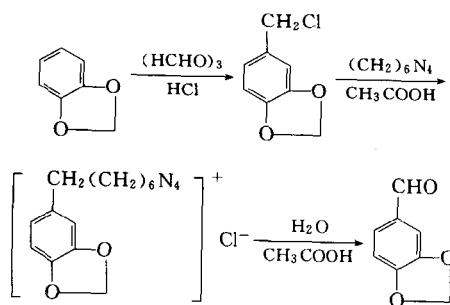
将异黄樟油素、重铬酸钠、水和对氨基苯磺酸加
入反应器内，在不断搅拌下逐渐滴加 32% 的硫酸溶

液，同时通冷水冷却。在滴加硫酸时，反应温度不得超过 50℃；当硫酸滴加完毕，使反应温度升至 60℃，保持 1h；反应完毕用苯提取两次，提取液用水洗涤除去硫酸铬盐，再用碳酸氢钠溶液洗涤提取液至中性，最后再用盐水洗涤一次；将洗净的油状物用水蒸气蒸馏以回收溶剂苯，再将剩余的反应液进行减压蒸馏，即得半固态的洋茉莉醛粗制品，收率约为 85%。将粗制品倒入结晶盘中，放入冷冻室过夜，结晶出的固体经离心甩滤分离出母液，并用 95% 的乙醇洗涤结晶，再甩去乙醇母液，所得白色洋茉莉醛晶体，经加热溶化后再二次冷冻结晶，反复二次结晶甩滤即可得到精制品洋茉莉醛。上述反应中加入少量的对氨基苯磺酸，是为了避免其中的醛基被进一步氧化，可增加洋茉莉醛的产量，同时也提高了产品的质量。

用臭氧氧化时，先将异黄樟素溶于四氯化碳、二甲苯或石油醚等溶剂中。用臭氧氧化，所得臭氧化物用黄血盐、酸性亚硫酸钠等分解，生成的天芥菜精立即形成亚硫酸盐的加成物，再用稀硫酸游离出天芥菜精，用蒸馏或结晶精制而得成品。

臭氧氧化所得的产品比重铬酸钠氧化质量好，臭氧氧化法收率 50%~55%

2. 由胡椒环经氯甲基化、胺化、水解而得

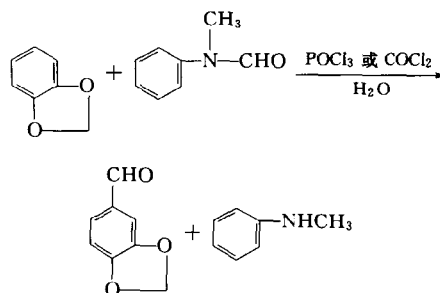


将三聚甲醛、胡椒环投入反应器内，搅拌溶解。保持 15~25℃ 滴加 38% 浓盐酸。于 25~30℃ 继续反应 3.5h，冷却至 20℃ 静置分层，取下层油状物，即得胡椒氯苄。

在搅拌下依次将乙酸、水及六次甲基四胺（乌洛托品）投入反应器中，冷却至 20℃，滴加胡椒氯苄温度不超过 35℃，加完后于 40~42℃ 继续反应 1h。然后加水，升温至 100~102℃，回流水解 2.5h，冷却至 40℃，加入少量氯仿，搅拌提取，静置分出下面氯仿层，内含天芥菜精。上面水层再用氯仿提取三次，提取液合并进行减压蒸馏回收氯仿，剩余物为油状的天芥菜精粗品。将上述粗品投入高真空蒸馏罐进行减压蒸馏，先升温至 100℃ 蒸出残留的氯仿，再升温收集中间馏分供下批套用。然后收集 100~120℃ (0.53~0.8kPa) 馏分，冷后固化，将其粉碎即为天

芥菜精成品。收率 61%。

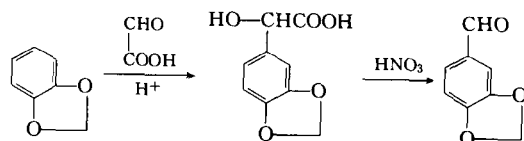
胡椒环通过维路斯梅尔（Vilsmeier）甲酰化合成法，以三氯氧磷或光气作缩合剂，使胡椒环与 N-甲基甲酰苯胺反应得洋茉莉醛：



副产物 N-甲基苯胺易于回收，用甲酸处理生成 N-甲基甲酰苯胺，可循环使用。

将 87.1g 光气通入由 97.6g 胡椒环和 180g N-甲基甲酰苯胺所组成的混合物中，在 50℃ 下，约 1h 通完光气，然后再升温到 90℃，经过 5h 再加入 29.3g 胡椒环，在 90℃ 保持 0.5h。然后将反应物在冰水中冷却 1h，经分离、提纯，得含量 99.5% 的洋茉莉醛，收率 76.8%。

近年提出合成洋茉莉醛的一种新方法，是将胡椒环与乙醛缩合，再用稀硝酸氧化脱羧：



两步反应的收率都很高，总收率达 80%。采用这条路线生产洋茉莉醛，可以使儿茶酚为起始原料的合成法与黄樟油路线相竞争。

另外，国内对电解合成洋茉莉醛也开展了研究工作。

用途 本品具有类似香草花（俗称葵花、洋茉莉）的香气，主要用于葵花、百合、紫罗兰等多种花香型和幻想型化妆品香精中，在食品、烟草中亦有应用。天芥菜精还是合成法黄连素的中间体。也用作农药增效剂和电镀添加剂。

洋茉莉醛是一种重要的精细化学品和有机合成中间体，在食品、日化、精细化工、医药等行业中都有广泛的应用。在食品行业中，洋茉莉醛可用于配制各种口味的香精，随着当前人们生活水平的提高和生活节奏的加快，糕点、饮料、快餐等方便食品已成为市场消费的新热点，洋茉莉醛的需求量呈显著增加的趋势。在日化行业中，洋茉莉醛是茉莉花香型香精的调剂和定香剂，且在葵花、百合、紫罗兰等许多香精中都能调和和使用，可用于生产各种皂用及日用化妆

品香精。

以洋茉莉醛为原料可开发出几十种衍生精细化工产品，如新洋茉莉醛、胡椒基丙酮、洋茉莉醇、洋茉莉腈等，都可以用作香皂、香水、化妆品香精。此外，用洋茉莉醛还可以开发用于药物生产及高档防霉抗菌增效剂合成用的中间体系麻酚，农药除虫菊酯用增效剂亚甲基二氧苯基烷基醚，抗肿瘤和防治高血压用药物中间体及生物碱等下游深加工产品。

目前国内洋茉莉醛产品除供应国内市场外，尚有部分产品可供出口，据海关统计，1998年和1999年分别出口洋茉莉醛462.4t和473.3t，创汇714.22万美元和885.96万美元。

参考文献

- 1 Beil., 19, 4(5), 225
- 2 Merck Index, 12, 7628
- 3 J. Chem. Soc., 1931, 756
- 4 J. O. C., 1975, 40, 2878
- 5 US 2916499, 1959
- 6 J. O. C., 1961, 26, 4814

血红素

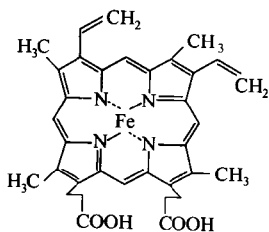
20936

Heme

[14875-96-8]

其他名称 (SP-4-2)-[7,12-Diethenyl-3,8,13,17-tetra-methyl-21H, 23H-porphine-2,18-dipropanoato (4-)-N²¹, N²², N²³, N²⁴]ferrate(2-)dihydrogen

结构式



分子式和相对分子质量 C₃₄H₃₂FeN₄O₄ 616.50

性状 由原卟啉与一个二价铁原子构成的铁卟啉化合物，带涂紫色光泽的棕色针状结晶，很不稳定。

生产方法 从血液中提取，特别是猪血，来源丰富。以往一般用冰醋酸加热法，此法工艺流程长，收率低（1L血液只可得3~4g血红素），而且冰醋酸难以回收。血液中的血红蛋白是由4分子血红素和1分子珠蛋白结合而成的，在pH值小于3时，两者结合最疏松。根据这一性质，提取时先从血液中分离出血球液，然后加水将血球液溶解（即溶血），调节pH值至3.0左右，加入适量丙酮，可将蛋白质凝固，血红素则溶于丙酮液中。此时若加入醋酸钠和鞣酸，即

可使血红素沉淀析出。或加入羧甲基纤维素（CM-C）阳离子交换剂，血红素可被CM-C吸附，然后过滤，就可以分离出血红素。

1. 醋酸钠提取法

(1) 分离血球，溶血 将新鲜猪血移入搪瓷桶中，加入0.8%柠檬酸三钠（每100kg猪血加0.8kg），搅拌均匀，装入离心管中，以3000r/min的速度离心15min，弃去清液（可供提取凝血酶用），收集血球，加入等量蒸馏水，搅拌30min，使血球溶血。然后加5倍量的氯仿，过滤出纤维。

(2) 抽提 在滤液中加入4~5倍体积的丙酮溶液（其中含丙酮体积3%的盐酸），用1mol/L盐酸校正pH值为2~3，搅拌抽提10min左右，然后过滤，滤渣干燥得蛋白粉，收集滤液备用。

(3) 沉淀 将滤液移入另一搪瓷桶中，用1mol/L氢氧化钠调节pH值为4~6，然后加滤液量1%的醋酸钠，搅拌均匀，静置一定时间，血红素即以无定形黑绿色沉淀析出，抽滤（或过滤）得血红素沉淀物。

(4) 干燥 把血红素沉淀用布袋吊干，置于石灰缸中干燥1~2d，即得产品（也可用干燥器干燥）。

2. CM-C提取法

(1) 分离血球 将新鲜猪血移入搪瓷桶中，加入0.8%柠檬酸三钠，搅匀后在离心机上以3000r/min的速度离心15min，分出血球，弃去血浆。

(2) 提取 将血球移入另一搪瓷桶中，加3倍蒸馏水，搅拌30min溶血，用1mol/L盐酸调节pH值至2~3，按血球液体积1:10或1:15的比例，加入CM-C悬浮液，搅匀，静置3~4h后在离心机上分出清液。

(3) 沉淀 将分出的清液，用2mol/L氢氧化钠调节pH值至5.5左右，静置沉淀分层，然后离心分出沉淀。

(4) 干燥 把沉淀物压干，置于60~70℃真空干燥，干燥后研磨，过80目筛，即得CM-C-亚铁血红素粉。

3. 鞣酸提取法

(1) 分离血球 将新鲜猪血放入搪瓷桶中，加0.8%柠檬酸三钠，搅拌均匀，装入离心管中，以3000r/min的速度离心10min，弃去血浆，收集血球。加入等量蒸馏水，在0~4℃条件下搅拌30min，使血球溶血，然后加入1:5氯仿（即1份溶血液加入5份氯仿），过滤收集滤液（含血球）备用。

(2) 提取 将血球滤液移入另一容器中，加4~5倍体积含3%盐酸的丙酮溶液，充分搅拌，搅拌抽提10min以上，过滤，收集提取液，滤渣经干燥得蛋白粉。

(3) 沉淀 在提取液中加入5%鞣酸，搅匀静置过

夜，血红素呈针状结晶析出，离心分出血红素沉淀物，用蒸馏水冲洗3~4次，至洗出液变清，然后用布袋吊干。

(4) 干燥 把干沉淀包好放入石灰缸中，干燥1~2天，即得血红素成品，装瓶保存。

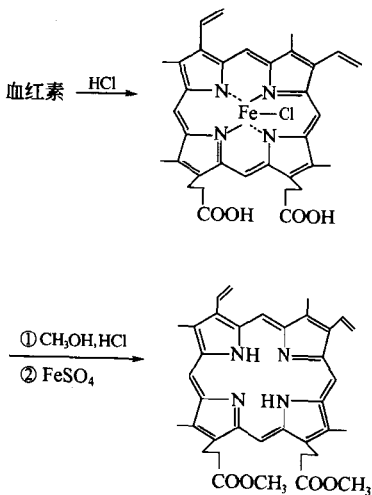
4. 血红素的精制操作

(1) 提取 先将血红素4倍量的吡啶，7倍量的氯仿倒入瓶中，然后加入粗品血红素，充分振荡30min，过滤后收集滤液。滤渣用氯仿洗涤，合并二次滤液。

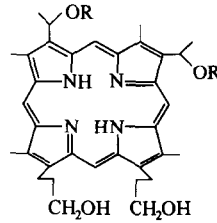
(2) 沉淀 先把适量冰醋酸加热至沸腾后，加入各占1/7体积（相对于冰醋酸而言）的饱和氯化钠溶液和盐酸，随着加入滤液，搅匀后过滤，滤渣用氯仿洗涤，合并二次滤液，静置过夜，过液收集滤饼，用冰醋酸洗涤后，干燥即得产品。

用途 在食品行业中，血红素可代替熟肉制品中的发色剂亚硝酸盐及人工合成色素，使肉制品产生鲜艳红色，增加外观美感。在制药行业中，血红素可作为半合成胆红素原料；作为补铁剂，可直接被人体吸收，吸收率高达10%~20%。

将血红素溶解在吡啶中，加入氯仿和甲醇，搅拌下通入氯化氢，0.5h后加入无水硫酸亚铁，反应液依次用水、稀氨水、水洗涤，经浓缩纯化可得原卟啉二甲酯：



血红素转化为氯化血红素 (Hemin)[16009-13-5]，在氯化氢催化下与甲酯发生酯化反应，然后被硫酸亚铁还原脱铁，生成原卟啉二甲酯，在0℃将其用氢氧化钾铝还原，再与溴化氢发生加成反应生成3,8-二(1-溴乙基)取代卟啉，该卟啉与各种醇发生取代反应，即生成2,7,12,18-四甲基-3,8-二(1-烷氧乙基)-13,17-二(3-羟基丙基)卟啉：



- R=CH₃
- CH₂CH₃
- CH₂CH₂CH₃
- CH(CH₃)₂
- CH₂CH₂CH₂CH₃
- CH(CH₃)₂CH₂CH₂CH₃

卟啉类化合物吸收一定波长光，可产生一系列光化学反应，其中生成单线态氧从而损伤肿瘤细胞是光动力治疗肿瘤的重要基础。上述化合物具有光敏活性，对肿瘤组织有选择亲和性及光动力杀伤作用，在不影响正常组织功能的前提下，造成肿瘤组织的定向损伤。光动力疗法是一种新颖的治疗恶性肿瘤的方法。第一个卟啉类光动力抗癌新药光敏素Ⅱ (porfimer sodium)[87806-31-3]，1994年已在荷兰上市，用于治疗皮肤、食道、支气管、膀胱等多种不同的恶性肿瘤。

参考文献

Merck Index, 12, 4672

肝素

20940

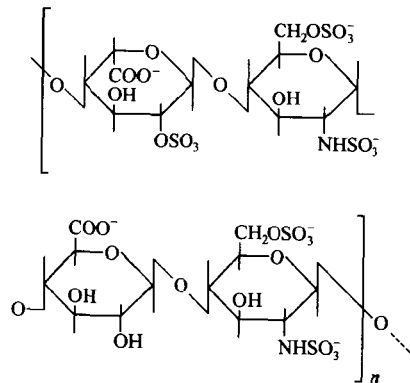
Heparin

[9005-49-6]

其他名称 肝素钠；肝磷酯

Sodium heparin

结构式



相对分子质量 6000~20000

性状 肝素为白色或灰白色粉末。钠盐易溶于水，不溶于醇、醚、丙酮、二氧六环等有机溶剂。肝素是一种含有硫酸酯的黏多糖，属于不均一的多糖分子。它的组分是氨基葡萄糖和两种糖醛酸，其中以艾杜糖醛酸为主，其次是葡萄糖醛酸。分子结构用一个四糖重复单位表示。

分子结构“单元”中含有5个硫酸基和二羧

基,呈强酸性。肝素的糖苷键不易被酸水解, O-硫酸基对酸水解相当稳定, N-硫酸基对酸水解敏感。

生产方法 肝素最初从肝脏提出,现多由猪、羊、牛等动物的肠黏膜中提取,从肺脏、肝脏中也可提取。

取新鲜肠黏膜投入反应器内,按3%加入氯化钠,用40%的氢氧化钠调节pH值至9.5。在半小时内逐步升温至60~65℃,继续保温搅拌2h。然后升温至95℃,维持10min,冷却至50℃以下过滤。将强碱性季铵盐阴离子树脂加入滤液中,搅拌吸附8h,静置过夜。次日,虹吸去上层液,树脂用水冲洗至上清液澄清,滤干。用2倍量1.4mol/L氯化钠搅拌2h,滤干,树脂再用1倍量1.4mol/L氯化钠洗涤1次。然后,树脂用3mol/L氯化钠洗脱两次,滤干,将滤液合并,加入等量的95%乙醇沉淀过夜。收集沉淀,用丙酮脱水干燥,得粗制品。

粗制品溶于1%氯化钠中,用盐酸调节pH值至1.7~1.8,过滤。用5mol/L氢氧化钠调节pH值至11,加30%浓度的过氧化氢脱色,过滤。滤液用盐酸调节pH值至6,加入等量95%乙醇沉淀。沉淀物用丙酮洗涤,干燥,即为肝素。

对上述基本过程,许多研究者提出了改进措施,经改进的粗品肝素钠生产方法如下:

1. 盐解 按肠黏膜质量的5%加入固体NaCl,用2mol/L NaOH溶液调pH值为 8.8 ± 0.2 ,然后升温至 $(56 \pm 2)^\circ\text{C}$,保温2h,同时不断搅拌。用2mol/L HCl调pH值为 6.5 ± 0.2 ,迅速升温至 $(95 \pm 2)^\circ\text{C}$,继续保温15min,趁热过滤。

2. 树脂吸附 待滤液冷却至50℃以下时,用2mol/L NaOH调pH值为 8.8 ± 0.2 ,加入适量树脂(树脂的用量与其毒化程度和肝素钠含量等因素有关,一般为5%~9%)。搅拌吸附10h。然后虹吸上清液,取出含肝素钠的树脂,用水洗净沥干。

3. 树脂洗涤和洗脱 水洗净的树脂,按树脂体积加入1倍量的2.0mol/L NaCl溶液搅拌1h,然后取出树脂用水淋洗沥干。

洗涤干净的树脂加入1/2的树脂体积的5.0mol/L NaCl溶液搅拌2.5h,取出树脂,收集洗脱液。树脂再用等量3.0mol/L NaCl溶液搅拌1.5h,取出树脂,用少量3.0mol/L NaCl溶液淋洗并沥干,收集洗脱液,合并两次含肝素钠的洗脱液,调pH值为6.5。

4. 乙醇沉淀 按洗脱液体积加入1.5~2.0倍回收乙醇(乙醇终浓度达52%以上),于低温下沉淀24h以上。

5. 脱水干燥 虹吸上层乙醇(另行回收),取出沉淀物,放入布氏漏斗中,真空抽干,再分别用适量无水乙醇,丙酮淋泡并抽干,然后于60℃烘箱中烘干,粉碎过60~80目筛,即为肝素粗品。

采用改进的方法从猪肠黏膜中提取分离肝素钠,效价在90~108 IU/mg之间,总回收率85%以上。

精制肝素钠的基本步骤为脱色,可采用过氧化氢法或高锰酸钾法。将上述干粗品用15倍量1%氯化钠水溶液溶解,再按下法操作。

1. 过氧化氢脱色法 将上述肝素钠溶液用1:2盐酸调节pH值至1~2,迅速过滤。再用氢氧化钠溶液调节pH值为10~12,按3%的量加入30%过氧化氢,25℃下放置2d,并随时校正pH值为10~12。过滤后收集滤液,用1:2盐酸调节滤液pH值为6~7,加入等量的95%乙醇沉淀。次日滤去清液(回收乙醇),沉淀用丙酮脱水,干燥后得肝素钠精品。

2. 高锰酸钾氧化法 在上述肝素钠溶液(粗品)中,加入4%高锰酸钾进行氧化,也可按每亿单位肝素钠加79g高锰酸钾。先将肝素钠粗品溶液调节pH值至7~9,并加热至80℃,高锰酸钾也先加热到80℃,在搅拌下加到肝素钠溶液中,保温2~5h,加滑石粉或纤维素粉助滤,收集滤液。

滤液用1:2盐酸调节pH值至6.4,加入1倍左右的95%乙醇于冷处沉淀8h以上,收集沉淀物,然后分别用无水乙醇和丙酮脱水,再干燥即得肝素钠精品。

研究认为,提高肝素钠收率的主要措施有:①酶解提取比盐解可增加收率12.1%,酶、盐解二次提取提高11.1%~19.2%;②二次吸附提高收率15.1%;③二、三次洗脱分别增加20.7%和4.4%;④粗产品精制时,加入 Na_2SO_3 和沉淀剂YNB99-1收率可达98.1%。

肝素钠是一种含硫酸酯的氨基葡萄糖、艾杜糖醛酸和葡萄糖醛酸的生物活性物质(黏多糖),在机体内与蛋白质结合成复合物存在于肥大细胞中,可被蛋白酶、NaCl和NaOH解离出来。它在溶液中呈强电荷的聚阴离子状态,与强碱性D-254阳离子树脂有较强的亲和力,易被吸附而分离。因此,解离和吸附是最为关键的工艺。对盐解反应而言,解离既不完全彻底,又对肝素钠的活性有所影响。酶解工艺是用蛋白酶将肝素钠分子从蛋白质复合物上解离下来的过程。反应温和而高效,所以收率较前者高。若按目前盐解高水平工艺2000根小肠生产1亿单位肝素钠,酶解工艺1758根即可得1亿单位。

D-254阴离子交换树脂含有其制造过程中带来的多种有机和无机杂质,故需要认真洗涤除去。95.0%以上的乙醇浸泡洗涤可有效地除去有机杂质,2.0mol/L的HCl和2.0mol/L的NaOH能很好地清除其中的无机物。旧树脂吸附能力下降的原因除了树脂本身老化外,还与溶液中大量的杂质和有害物质有关,如蛋白质、核酸、细小颗粒和微生物发酵的产物等。乙醇能有效地清除树脂孔径中的脂

类、蛋白质和发酵产物，但随着使用时间的增加，堵塞毒化加剧，一定时间后，乙醇也无能为力，必须更换新树脂。

粗产品蛋白质含量很高，效价多为 30.0~60.0 USPu/mg。必须除去大部分蛋白质，使效价提高到 90.0USPu/mg 以上，才能合乎制造注射级精品的原料要求。在 pH 值为 3.0 以下，pH 值越低，肝素钠的活性损失越大。Na₂SO₃ 能使肝素钠在 pH 值为 3.0 时活性不损失，但蛋白质就不能充分析出，无法过滤除去，所以需用 YNB99-1 来沉淀除去。

肝素自 1916 年 Molean 发现其良好的抗凝作用以来，作为一种重要的生化药物而被广泛地应用在医药临床上。肝素不仅具有抗凝、抗血栓、抗炎、抗过敏、抗病毒和降血脂等多种生物功能，同时也是一种防治深部静脉血栓、肺栓塞或其他血栓的有效药物。但是肝素在临床应用时常伴有出血、血小板减少，骨质疏松等副作用，有时甚至可引起致死性颅内出血，据报道出血率高达 35%。但到目前为止，尚无一种能够完全替代它的产品，尽管存在以上副作用，但在临床上它仍然是预防手术后血栓形成和治疗急性静脉血栓的首选药物。为了减轻肝素的副作用，人们采取了各种方法，如局部用药或小剂量用药，或将肝素钠盐转为肝素钙盐等，都分别收到较好的效果。1976 年 Johnson 等发现当皮下注射从肝素中分离出来的分子量较小的片段（即低分子肝素，简称 LMWH）时，在人体内其抗活性 X 因子（FXa）的作用远高于普通肝素（SH），而出血副作用却明显降低，其报道立即引起人们的广泛兴趣与密切关注。20 世纪 80 年代以后低分子肝素以其抗血栓作用强、出血副作用小，半衰期长、生物利用率高、优异的药用物性，成为了当今肝素研究的热点，发展十分迅速。目前国外已有十多种 LMWH 产品相继问世，我国自 20 世纪 90 年代起亦开始了低分子肝素产品的研制。

目前制备低分子肝素已有多种方法，即物理分离法、化学裂解法和合成法。化学裂解法也包括酶化学裂解法。一般来说，化学降解法容易导致硫酸基丢失。在酸性溶液中，N-硫酸基容易被水解破坏，而在强碱性溶液中，O-硫酸基易被水解破坏，都使产物抗凝活性下降。因此，在低分子肝素生产过程中必须避免强酸或者强碱的处理。

用途 肝素是一种天然抗凝血物质，在体内外均能延长凝血作用，常用于输血和防治各种血栓的形成或堵塞，也可用于澄清血浆脂质，降低胆固醇，治疗动脉硬化等症。美国是我国肝素钠产品的最大市场，每年耗用肝素较多，主要用作肾病患者的渗血治疗和急性心肌梗死症的治疗。用肝素配合治疗暴发性流脑败血症和肾

炎，效果也较好。目前一些国家已生产鼻腔喷雾剂、栓剂、肝素钠的临床应用也越来越受到重视，已开始把肝素用于临床，如用肝素软膏治疗皮肤病等。此外肝素配合治疗脑血管疾病，防止癌细胞转移的疗效，也引起了人们极大的兴趣。

参考文献

- 1 Merck Index, 12, 4685
- 2 J. Biol. chem., 1959, 234, 1325
- 3 US 2884358. 1959
- 4 US 2989438. 1961
- 5 US 3016331. 1962

2-庚醇

21020

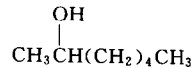
2-Heptanol

[543-49-7]

其他名称 第二庚醇；2-羟基庚烷

2-Hydroxyheptane

结构式



性状 无色液体。有 *dl*, *l*, *d* 三种异构体。

异构体	相对密度	沸点 / °C (mmHg)	折射率	旋光度
<i>dl</i>	0.8193(20°C)	158~160	1.42131	
<i>d</i>	0.8190(20°C)	73.5(20)		+13.71°(20°C)
<i>l</i>	0.8184(20°C)	74.5(20)		-10.48°(17°C)

注：1mmHg=133.322Pa。

2-庚醇溶于醇、醚和苯，20°C 水中溶解度为 0.35%，闪点 41°C。

生产方法 由戊基溴化镁与乙醛反应而得，或由甲基戊基酮在醇溶液中用金属钠还原制得。

用途 用作溶剂，也用于有机合成。

参考文献

- 1 Merck Index, 12, 4697
- 2 Beil., 1(4), 1740
- 3 Org Synth., Coll Vol., 2, 317

2-庚酮

21030

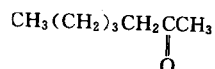
2-Heptanone

[110-43-0]

其他名称 正戊基甲基甲酮；正戊甲酮

Methyl pentyl ketone; *n*-Amyl methyl ketone

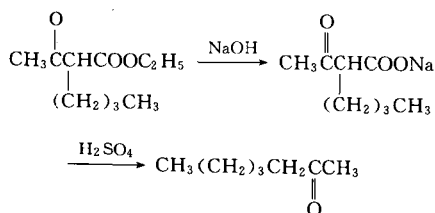
结构式



分子式和相对分子质量 $C_7H_{14}O$ 114.19

性状 无色液体。凝固点 -35.5°C 。沸点 151.5°C , 111°C (2.8kPa)。相对密度 $d_4^{15} = 0.8197$ 。折射率 1.41156 (15°C)。闪点 47°C 。溶于乙醇、乙醚, 极微溶于水。有刺鼻的水果香味。

生产方法 由丁基乙酰乙酸乙酯皂化而得:



将丁基乙酰乙酸乙酯加入 5% 的氢氧化钠溶液中, 在室温搅拌 4h。静置分层, 油层为未皂化的原料, 分出再用。水层和 50% 的硫酸反应, 当反应释放二氧化碳变得缓和时, 慢慢加热使反应物沸腾, 蒸出原总体积的 1/3~1/2。蒸出物用固体氢氧化钠调成碱性, 然后再蒸出 80%~90%。将此蒸出物分层, 分出酮。水层再蒸出 1/3, 蒸出物分出酮后, 水层继续蒸出 1/3, 如此重复进行, 尽可能收集生成的 2-庚酮。将所得的 2-庚酮合并, 用氯化钙溶液洗涤。干燥后蒸馏即得成品, 收率 50%~60%。

用途 用作溶剂和香料的中间体。

参考文献

- 1 Beil., 1(4), 3318
- 2 Merck Index, 12, 4698
- 3 Synthesis, 1977, 893

4-庚酮

4-Heptanone

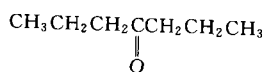
21032

[123-19-3]

其他名称 二丙基甲酮; 二正丙基酮

Dipropyl kfone

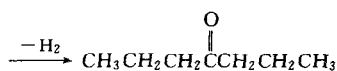
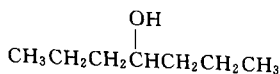
结构式



分子式和相对分子质量 $C_7H_{14}O$ 114.18

性状 无色液体。熔点 -32.6°C , 沸点 144°C 。相对密度 $d_4^{15} = 0.821$, 折射率 1.40732 (22°C), 闪点 48°C , 与醇、醚混溶, 不溶于水。有刺激性气味。

生产方法 由 4-庚醇脱氢而得:



用途 溶剂。

参考文献

- 1 Beil., 1, 699
- 2 Merck Index, 12, 3408
- 3 Org. Synth., Coll. Vol., 5, 589

1-庚烯

21045

1-Heptene

[592-76-7]

其他名称 正戊基乙烯

1-Heptylene; *n*-Amylethylene

结构式 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CH}_2$

分子式和相对分子质量 C_7H_{14} 98.19

性状 无色液体。熔点 -119.2°C , 沸点 93.3°C , 相对密度 $d_4^{20} = 0.6968$, 折射率 1.3994。闪点 -8°C , 溶于乙醇、丙酮、乙醚和石油系溶剂, 不溶于水。

生产方法 庚烯来自丙烷-丙烯与丁烷-丁烯馏分的齐聚产物, 即 $C_6 \sim C_{10}$ 的支链化烯烃混合物, 通过精馏, 可得到庚烯的异构物。

用途 合成辛醇的原料。

参考文献

- 1 Beil., 1, 219
- 2 Tetrahedron Lett., 1973, 3609

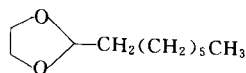
2-庚基-1,3-二噁戊烷

21057

2-Heptyl-1,3-dioxolane

[4359-57-3]

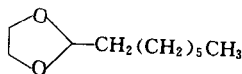
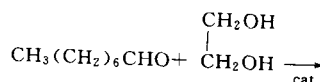
结构式



分子式和相对分子质量 $C_{10}H_{20}O_2$ 172.27

性状 无色透明液体, 沸点 $89 \sim 91^\circ\text{C}$ (150Pa), 折射率 1.4340~1.4348。

生产方法 由正辛醛与乙二醇在催化剂作用下, 经脱水缩合而得:



在带有回流冷凝器和分水器的反应瓶中，加入正辛醛、乙二醇、带水剂和催化剂对甲苯磺酸及硫酸铜的混合物，搅拌升温，回流反应 6h，至无水分出时停止反应，冷却至室温。用 2% Na₂CO₃ 溶液中中和至中性，静置分层，取有机相，用水洗 3 次，加无水 MgSO₄ 干燥过夜。滤去干燥剂，有机相常压蒸馏回收带水剂，减压蒸馏收集 89~91℃ (150Pa) 馏分，即得产品。

上述过程的优化反应条件为：

正辛醛：乙二醇=1：1.1 (摩尔比)

催化剂用量为主原料质量的 0.25%。

带水剂为苯，用量为主原料质量的 1.95 倍。

反应温度 94~101℃

反应时间 6h

在优化条件下产品收率 93.6%

用途 本品具清新的果蔬香气、柑橘香韵，用于香精调配。

参考文献

Org. Synth., Coll. Vol., 5, 1973, 303

对羟基苯甲酸庚酯

21058

Heptyl 4-hydroxy benzoate

[1085-12-7]

其他名称 尼泊金庚酯

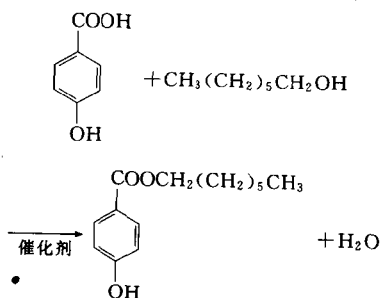
结构式



分子式和相对分子质量 C₁₄H₂₀O₃ 236.31

性状 白色针状结晶，熔点 49~51℃，极易溶于水，易溶于乙醇和乙醚。

生产方法 由对羟基苯甲酸和正庚醇酯化而得：



传统的方法是用硫酸催化，加苯或甲苯作带水剂。但较好的做法是以活性氧化亚锡代替浓硫酸，用正庚醇自身回流带水，此法收率高、产品易纯化。实例如下：按酸醇摩尔比 1：2.6，活性氧化亚锡浓度为 0.09%，将物料加入反应瓶，加热回流至反应结束，反应温度 194~200℃，反应时间 3h。然后在 1.33~

974

2.66kPa 下蒸出过量的庚醇，在 67~266Pa 压力下蒸出产品。对产品质量要求较高时，可对蒸出的产品用乙醇/水进行重结晶。

用途 本品作为低毒高效消毒杀菌防腐剂，广泛用于食品、饮料、化妆品、药物等许多方面。在啤酒中使用浓度为 (8~12) × 10⁻⁶，可有效防止酵母菌、乳酸杆菌造成啤酒变质。用量仅为尼泊金正丁酯的 1/15。

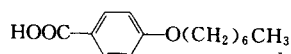
4-庚氧基苯甲酸

21059

4-(Heptyloxy) benzoic acid

[15872-42-1]

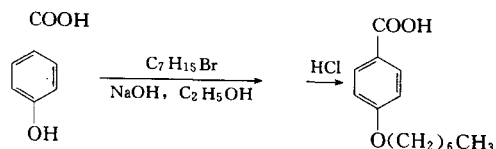
结构式



分子式和相对分子质量 C₁₄H₂₀O₃ 236.31

性状 白色晶体。熔点 146℃。

生产方法



在 500ml 三口瓶中加入 25g (0.18mol) 对羟基苯甲酸、36ml 10mol/L NaOH 溶液、15ml 水及 36ml 乙醇，搅拌使溶解。滴加 0.20mol 溴代正庚烷溶于 130ml 无水乙醇的溶液，搅拌回流 6.5h 后，蒸去大部分溶剂，剩余物中加入 200ml 水，用盐酸调 pH 值至 2，析出大量白色沉淀，抽滤后得到的粗品经冰醋酸、50% 乙醇-水重结晶，得 4-庚氧基苯甲酸 19.8g，收率 46.3%。

用途 用于有机合成。

参考文献

- 1 Beil., 10(3), 285
- 2 J. Chem. Soc., 1953, 4179

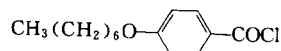
4-庚氧基苯甲酰氯

21059-1

4-(Heptyloxy) benzoyl chloride

[40782-54-5]

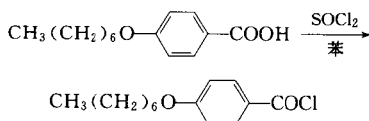
结构式



分子式和相对分子质量 C₁₄H₁₉ClO₂ 254.76

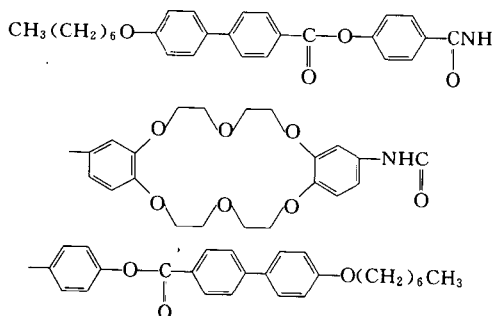
性状 沸点 226~227℃ (4.0kPa)，相对密度 1.061，折射率 1.5330。

生产方法



在装有回流冷凝管、氯化钙干燥管和气体吸收装置的100ml三口瓶中加入11.0g (0.047mol) 4-庚氧基苯甲酸、35ml无水苯和5.5ml氯化亚砷, 搅拌回流17h, 得淡黄色透明液体。水泵减压下蒸去苯和过量氯化亚砷, 得淡黄色液体11.1g, 产率93.5%。

用途 本品用于合成液晶冠醚:



参考文献

- 1 Beil., 10(3), 338
- 2 Md. Cryst. Lig. Cryst., 1991, 309

橙皮素

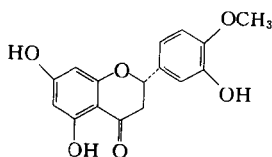
Hesperetin

21061

[520-33-2]

其他名称 (S)-2,3-Dihydro-5,7-dihydroxy-2-(3-hydroxy-4-methoxyphenyl)-4H-1-benzopyran-4-one

结构式



分子式和相对分子质量 $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_6$ 302.28

性状 熔点 227~228℃。

生产方法

取橙皮苷 [520-26-3] (50.0g, 0.0818mol) 加入到无水甲醇 (1000ml) 中, 再加入浓硫酸 (50ml), 在搅拌下加热回流, 反应 7.5h。将反应液倒入乙酸乙酯 (4000ml) 中, 混合物分别用 15% 氯化钠 (1000ml) 溶液、水 (3×1500ml) 洗至无色, 最后用饱和氯化钠溶液洗涤。无水硫酸钠干燥。蒸出乙酸乙酯, 得黄色残渣。粗品用乙醇/水 (70:30) 重结晶,

得黄色针状结晶 24.5g, 收率为 99%。熔点 225~227℃。

用途 用于制备圣草酚 (见 18053), 进一步合成木犀草素 (见 23108)。

参考文献

- 1 Merck Index, 12, 4704
- 2 J. Chem. Soc., 1956, 632

六氯丙酮

21105

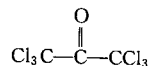
Hexachloroacetone

[116-16-5]

其他名称 1,1,1,3,3,3-六氯丙酮

1,1,1,3,3,3-Hexachloro-2-propanone

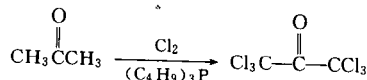
结构式



分子式和相对分子质量 $\text{C}_3\text{Cl}_6\text{O}$ 264.75

性状 熔点 -3℃, 沸点 202.4℃, 相对密度 $d_4^{20} = 1.74$, 折射率 1.5100~1.5120。微溶于水。

生产方法



在高压釜中, 加入丙酮 116g (2.0mol), 三丁基磷 5g, 密闭, 于 50~70℃ 缓慢通入氯气, 至溶液的相对密度达 1.74。停止通氯气。排气, 静置 1h, 减压蒸馏, 收集 66~70℃ (800Pa) 馏分, 得无色液体六氯丙酮 370g, 收率 70%。

用途 农药、医药的中间体。

参考文献

- 1 Beil., 1, 657
- 2 Fieser, 8, 239
- 3 J. O. C., 1970, 35, 2423
- 4 JP 7424909. 1974

十六烷基磺酰氯

21155

1-Hexadecanesulfonyl chloride [38775-38-1]

结构式 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_2\text{SO}_2\text{Cl}$

分子式和相对分子质量 $\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{ClO}_2\text{S}$ 324.95

性状 白色结晶, 熔点 55~59℃。

生产方法

