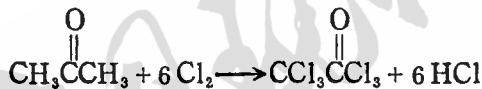


六氯丙酮的制备

吴美洲 (浙江省仙居制药股份有限公司, 仙居 317300)

六氯丙酮在甾体药物合成中, 用作环氧反应的催化剂。具有立体选择性高、合成简便、价格低廉等特点。



国外报道六氯丙酮制备以吡啶盐酸盐作催化剂^[1], 操作繁琐, 投料时易吸水, 使氯化反应难控制, 导致六氯丙酮质量不稳定。作者以吡啶代替其盐酸盐, 直接投入氯化反应中, 与反应产生的副产物盐酸成盐作催化剂。具有操作简便, 反应容易控制, 产品质量稳定等优点。

实验方法与结果

在干燥的反应瓶中投入108 g 丙酮, 外用冰水浴冷却, 通入干燥的氯气, 控制反应温度25~35°C, 至吸氯速度明显减慢时, 加入10 g 吡啶, 继续通氯气, 紫外灯光照, 移去冰水浴, 让其自然升温至100°C, 加热通氯保温110~115°C至氯化反应完全, 吹入干燥空气排除氯化氢, 滤除吡啶盐酸盐, 得黄色液体。减压蒸馏, 收集 bp 100°C/3467 Pa 馏份, 得357 g 淡黄色六氯丙酮, 收率86%、 n_D^{20} 1.5086 (文献 n_D^{25} 1.5083), 红外图谱与进口产品相同。

参考文献

- 1 日本公开特许49—24909

收稿日期: 1996—01—16