

## 一种制备正三十二烷的新方法<sup>\*</sup>

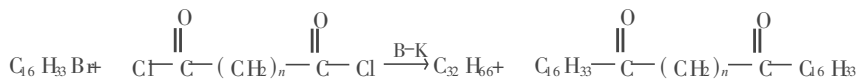
晏日安 苏镜娉<sup>\*\*</sup> 曾陇梅 崔建国

(中山大学化学与化学工程学院系, 广州 510275)

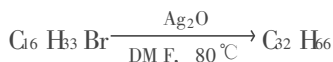
关键词 正三十二烷, 溴代十六烷

分类号 O 621.3

正三十二烷可以从植物中分离<sup>[1]</sup>, 曾被用作气相色谱的固定相<sup>[2]</sup>, 也是豆类昆虫的引诱剂, 在化学上该物质还有其它应用. 正三十二烷可通过溴代十六烷与二羧酸酐氯的 Blaise-Ketone 反应制备<sup>[3]</sup>.

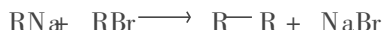
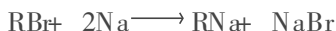


在氧化银存在下, 溴代十六烷在 DMF 中于 80℃ 避光反应 24 h, 可得正三十二烷. 反应条件温和, 操作简便, 产物纯度高, 产率较高, 未见文献报道.



将 6.60 g 溴代十六烷溶于 8.5 mL DMF 中, 加入 2.00 g 新制的氧化银, 于 80℃ 避光反应 24 h. 过滤, 滤渣用氯仿洗涤 3 次, 滤液和洗涤液合并置于冰箱过夜, 滤去冷冻所产生的固体. 在滤液中加入 5 mL 吡啶, 滤液分别用水、10% 盐酸、10% 碳酸钠和水洗, 无水硫酸钠干燥, 浓缩, 乙酸乙酯重结晶得白色固体 3.50 g,  $\theta_{\text{mp}} 72\sim 74^\circ\text{C}$  (文献值为 74~75℃<sup>[4]</sup>), 产率 71.9%. IR<sub>max</sub> /cm<sup>-1</sup>: 2924, 2853, 1468, 723. <sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>, TMS)  $\delta$  1.1~1.4 (br).

本方法用溴代烷或碘代烷与钠一起反应而制得烷烃的, 在反应过程中有烷基钠中间体形成, 反应是一个偶联反应.



在实验中, 能回收得到黄色的溴化银, 在反应过程中可能有烷基银形成, 是一个包含碳负离子的偶联反应. 我们将对此反应的机理作进一步的研究.

<sup>\*</sup> 国家自然科学基金资助项目

收稿日期: 1998-05-29 晏日安, 男, 35岁, 博士研究生

## 参 考 文 献

- 1 Roland H, Word C N. Isolation and characterization of seed hydrocarbons from *Balanites aegyptiaca*, *B. roxburghii*, and *B. pedicellaris*. *Phytochem*, 1970, 9 (5): 1087
- 2 Peare E C, Thorburn S. Specific retention volumes for C<sub>5-12</sub> alkane solutes in the series of homologous *n*-alkanes, *n*-C<sub>28</sub>, *n*-C<sub>32</sub>, *n*-C<sub>36</sub> and squalane. *J Chromatogr*, 1967, 30 (2): 344
- 3 Kanichiro T, Yoshihiro O. Thermal behavior of *n*-alkanes from *n*-C<sub>32</sub>H<sub>66</sub> to *n*-C<sub>80</sub>H<sub>162</sub>, synthesized with attention paid to high purity. *J Polym*, 1982, 14 (6): 441
- 4 Buckingham J, Donaghy S M. Dictionary of organic compounds. 5th ed. New York: Chapman and Hall, 1982, 2403

## New Approach to the Synthesis of Dotriacontane

*Yan Ri'an* *Su Jingyu*<sup>\*</sup> *Zeng Longmei* *Cui Jianguo*

**Abstract** In the presence of Ag<sub>2</sub>O, the 1-bromobixadecane was converted to dotriacontane in high yield by stirring with protection from light in DMF at 80°C for 24 h.

**Keywords** dotriacontane, bromohexadecane