

合成壬醇的新方法

周邦训 王士林 方成林 陈 武

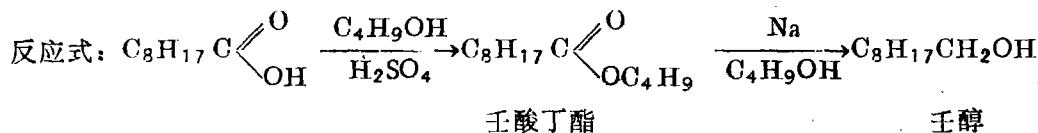
提 要 本文报导了自壬酸合成壬醇的一种新方法。此法合成的壬醇用于杀精子剂线型壬苯醇醚的合成，能得到合乎质量要求的成品。

壬醇是合成线型壬苯醇醚的起始原料。

线型壬苯醇醚是针对支链型壬苯醇醚不能生物降解的缺陷进行研究改进而产生的新型非离子表面活性剂。

我们选用壬醇合成线型壬苯醇醚，除了考虑它的生物降解性能良好之外，主要是考虑其纯度也较高，有利于降低杀精子剂的副作用，保证用药安全。

关于合成方法文献有自脂肪酸以锌铬氧化物($ZnCrO_4$)为催化剂于 250°C 、100大气压下催化加氢反应的报道。我们采用常压下的金属钠还元反应^[1,2]用国产壬酸(含量98%)合成本品，并对反应条件及分离方法作了改进。



方 法

取壬酸10份、正丁醇80份与浓硫酸0.7份，回流1.5小时。蒸馏回收正丁醇至 116°C 无水正丁醇馏出。停止蒸馏，补足正丁醇至100份。于 90°C 分次加金属钠5份，使在 130°C 沸腾反应，直到金属钠消耗完(约需3小时)。倾入50份水中蒸汽蒸馏。先蒸出正丁醇，后蒸出粗壬醇，残渣为壬酸钠。粗壬醇经减压蒸馏收集 $104^{\circ}\sim 112^{\circ}\text{C}/8\text{mm}$ 馏分，约5.5份，即为壬醇。

讨 论

1. 钠还元法为 Bouvau 及 Blanc 所创始。后由于食盐电解制钠方便，此法遂被广泛地用于油脂还元。因为它具有比高压氢化法设备简便、产品质量好的优点。
2. 我们用正丁醇代替乙醇，并提高反应温度使反应完全、收率提高，又用水蒸汽蒸馏回收溶媒使醇钠分解，再经减压蒸馏后即得合格产品。
3. 此法成本较低，除钠消耗于反应外，壬酸及正丁醇皆能回收套用。收率按壬酸实际用量计算为87%以上，质量达到进口壬醇试剂三级的技术指标。

1980年1月29日收稿

1981年10月8日修改稿

1. 元素分析: 分子式 $C_9H_{20}O$

计算值(%) C, 74.94; H, 13.97;

实验值(%) C, 75.18, 75.21; H, 13.41, 13.76;

2. 物理常数

冻点: 规定技术指标 $-7^{\circ}\sim-4^{\circ}\text{C}$; 进口壬醇 -4.2°C ; 本品 -5.5°C 折光率 n_0^{20} : 规定技术指标 1.432~1.434; 进口壬醇 1.4321; 本品 1.4325

3. IR图谱

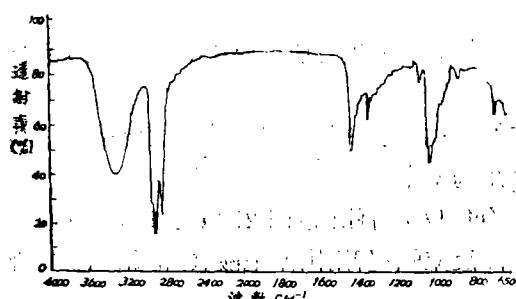


图1 自制壬醇红外图谱

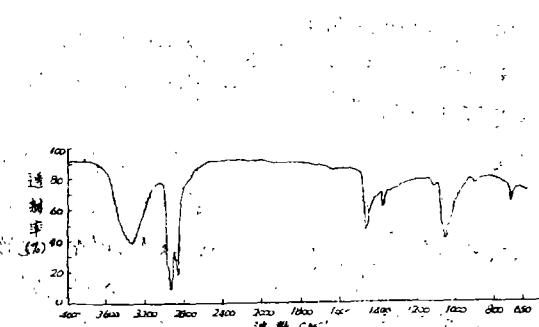


图2 进口化学纯级壬醇红外图谱

合成具有上述质量指标的壬醇可用于外用避孕药的杀精子剂线型壬苯醇醚的合成，并能做出合乎质量要求的成品。

红外图谱及元素分析均由董善士等同志完成，特此志谢。

参考文献

[1] Bouvau, et al; Comp rend 136:6761, 1903

[2] 福岛: 油化学 8:240, 1959; 9:471、527、593、638, 1960; 10: 6、215、565、635、701, 1961

A NEW METHOD OF SYNTHESIS OF NONYL ALCOHOL

Zhou Bangxun¹, Wang Shilin¹, Fang Chenglin² and Chen Wu¹

Abstract

This paper describes a new method for synthesis of nonyl alcohol using pelargonic acid as starting material. The procedure is as follows.

Mix pelargonic acid with butyl alcohol and small amount of sulfuric acid and reflux for one and half hours to give butyl pelargonate. The ester was reduced with metallic sodium in the presence of a large amount of n-butyl alcohol until all the sodium disappears. Then pass steam to drive out the crude nonyl alcohol, fractionating in vacuo and collect the pure nonyl alcohol at 104°-112°C/8mm

5.5 parts of nonyl alcohol can be obtained from 10 parts of pelargonic acid and the yield is 87% (based on the pelargonic acid actually used)

1. Pharmaceutical Factory

2. Division of Organic Chemistry