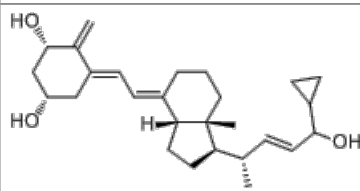




本PDF文件由 免费提供, 全部信息请点击[112965-21-6](#), 若要查询其它化学品请登录[CAS号查询网](#)

如果您觉得本站对您的学习工作有帮助, 请与您的朋友一起分享: [爱化学www.ichemistry.cn](#)

CAS Number:112965-21-6 基本信息

中文名:	卡泊三醇; (1a, 3b, 5z, 7e, 22e, 24s)-24-环丙基-9, 10-开环胆甾-5, 7, 10(19), 22-四烯-1, 3, 24-三醇
英文名:	Calcipotriene
别名:	(1S, 3S, 5Z)-5-[(2E)-2-[(1R, 3aR, 7aR)-1-[(E, 2S)-5-Cyclopropyl-5-hydroxy-pent-3-en-2-yl]-7a-methyl-2, 3, 3a, 5, 6, 7-hexahydro-1H-inden-4-ylidene]ethylidene]-4-methylidene-cyclohexane-1, 3-diol
分子结构:	
分子式:	C ₂₇ H ₄₀ O ₃
分子量:	412.61
CAS登录号:	112965-21-6

物理化学性质

熔点: 166-168°C

CAS#112965-21-6化学试剂供应商(点击生产商链接可查看价格)

孝感深远化工有限公司 (医药中间体生产商) 专业从事112965-21-6及其他化工产品的生产销售 0712-2580635 15527768836

供应商信息已更新且供应商的链接失效, 请登录爱化学 [CAS No. 112965-21-6](#) 查看

若您是此化学品供应商, 请按照[化工产品收录](#)说明进行免费添加

其他信息

产品应用: 卡泊三醇(112965-21-6)的用途:
用于牛皮癣。

卡泊三醇(112965-21-6)的生产方法:

以维生素D₂(I)为原料。维生素D₂(12.5g, 31.5mmol)溶于50ml液体二氧化硫, 搅拌回流30min, 蒸出二氧化硫, 残液真空干燥。然后溶于100ml二甲基甲酰胺, 再加入咪唑(4.5g, 66mmol)和叔丁基二甲基氯化硅(5.0g, 33mmol), 在20°C搅拌90min。将反应液在500ml乙酸乙酯和200ml水之间进行分配。分取有机层, 用水和盐水洗, 干燥, 浓缩。残液层析分离(用30%乙醚的石油醚溶液洗脱), 得9.4g化合物(IIa), 收率52%, 熔点117~118°C(分解); 和7.7g化合物(IIb), 收率42%, 熔点121~122°C(分解)。

化合物(IIa)或(IIb)或它们的混合物(16.4g, 28.5mmol)悬浮于250ml 96%乙醇中, 加入20g碳酸氢钠, 回流90min。冷却, 减压部分浓缩, 剩余液在乙酸乙酯和水之间进行分配。分取有机层, 用水和盐水洗, 干燥, 浓缩。残液溶于含N-甲基吗啉N-氧化物单水合物(16g, 119mmol)的160ml二氯甲烷溶液。过滤, 在回流下往滤液中快速加入二硫化硒(3.0g, 27mmol)在160ml甲醇的溶液。加毕再回流50min。冷却, 用二氯甲烷稀释后, 用水和盐水洗, 干燥, 浓缩。残液溶于80ml二甲基甲酰胺, 加入咪唑(4.3g, 63mmol)和叔丁基二甲基氯化硅(5.1g, 34mmol), 在20°C搅拌90min, 将反应液在450ml乙酸乙酯和200ml水之间进行分配。分取乙酸乙酯层, 用水和盐水洗, 干燥, 浓缩, 得结晶性固体。将该固体经硅胶分离(1%乙醚的石油醚溶液洗脱), 然后用乙醚-乙醇重结晶, 得5.7g化合物(III), 熔点113~114°C。

生产方法及其他:

化合物(III) (4.0g, 6.2mmol)溶于10ml乙醚和50ml液体二氧化硫, 搅拌30min。蒸出二氧化硫和乙醚, 残液减压干燥, 再经层析分离(20%乙醚的石油醚溶液洗脱), 得化合物(IVa), 熔点107~109℃(分解); 和化合物(IVb)。

化合物(IVa) (4.4g, 6.2mmol)溶于120ml二氯甲烷和40ml甲醇, 在-65℃通入至原料完全反应, 约需40min。通入氮气鼓泡, 再加入三**苯**膦(2.5g, 9.5mmol)。缓慢升温至0℃, 加二氯甲烷稀释, 依次用5%**碳酸**氢钠溶液、水和盐水洗, 干燥, 浓缩。残液层析分离(30%乙醚的石油醚溶液洗脱), 得3.2g化合物(Va), 收率81%, 熔点122~124℃(分解); 并同时得化合物(Vb)。

化合物(V) (14.3g, 22mmol)悬浮于300ml乙醇中, 加入14g碳酸氢钠, 回流90min。冷却, 减压部分浓缩。剩余液在350ml乙酸乙酯和200ml水之间进行分配。分取有机层, 用水和盐水洗, 干燥, 浓缩。得12.6g结晶性产物, 其中含90%化合物(VIa)和5%化合物(IVb), 直接用于下步反应。

上述化合物(VIa)和(VIb)的混合物(10.5g)和铸化物(X) (15g, 44mmol)溶于60ml二甲亚砜, 在105℃反应4h。冷却, 在250ml乙酸乙酯和200ml水之间进行分配。分取乙酸乙酯层, 用水和盐水洗, 干燥, 减压浓缩。残液层析提纯(10%乙醚的石油醚溶液洗脱), 再用乙醚-甲醇重结晶得7.51g化合物(VII), 收率63%[以化合物(V)计], 熔点123~124℃。

化合物(VII) (4.31g, 6.74mmol)溶于8ml **四氢呋喃**, 在冰浴冷却和搅拌下, 加入18ml 0.4mol/L $\text{CeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的甲醇溶液, 再加入9ml甲醇。在5min中, 分批加入0.50g**硼氢化钠**。加毕, 再搅拌10min。在250ml乙酸乙酯和200ml水之间进行分配。分取有机层, 用100ml水洗, 干燥, 减压浓缩。残液层析分离, 得1.42g化合物(VIII), 收率33%, 熔点122~123℃。

化合物(VIII) (1.13g, 1.76mmol)、170mg**蒽**和1滴**三乙胺**溶于75ml**甲苯**, 用高压紫外灯在20℃照射60min。过滤, 减压浓缩。残液层析提纯(15%乙酸乙酯的石油醚溶液洗脱), 得1.04g化合物(IX), 收率92%。

化合物(IX) (1.03g, 1.61mmol)和四丁基**氟化铵** (2.1g, 6.7mmol)溶于40ml四氢呋喃, 在60℃反应50min。冷却, 在150ml乙酸乙酯和100ml 2%碳酸氢钠溶液之间进行分配。分取有机层, 用水和盐水洗, 干燥, 浓缩。残物经硅胶柱层析提纯(乙酸乙酯洗脱), 得483mg卡泊三醇, 收率73%, 熔点166~168℃。

相关化学品信息

[117922-47-1](#) [119111-70-5](#) [118993-30-9](#) [1132-37-2](#) [118449-22-2](#) [114736-58-2](#) [116834-96-9](#) [111607-88-6](#) [110764-72-2](#) [112392-97-9](#) [113383-08-7](#) [1192-54-7](#) [117342-15-1](#) [117832-17-4](#) [119245-85-1](#) 457

生成时间2015-10-17 17:24:28