(54) 发明名称

2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷的制备方法，包括以下步骤：将76.7重量份的三氯化磷、34.6重量份的乙二醇在二氯甲烷溶剂中，在5℃条件下反应，生成2-氯-1,3,2-二氧磷杂环戊烷和氯化氢；将2-氯-1,3,2-二氧磷杂环戊烷与62重量份的氧气反应生成2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷，蒸馏得。本发明通过将三氯化磷、乙二醇反应得到的中间产物，与氧气产生氧化反应，避免了产物聚合的问题，具有操作简单、成本低、污染少、适合于工业上大规模应用的有益效果。
1. 一种 2-氯-2-氧合-1,1,2-三氯化磷环戊烷的制备方法，其特征在于，所述制备方法包括以下步骤：

（1）按 76.7 重量份的三氯化磷、34.6 重量份的乙二醇和 62 重量份的氧气制备；

（2）将 76.7 重量份的三氯化磷、34.6 重量份的乙二醇在二氯甲烷溶剂中，在 5°C 条件下反应，生成 2-氯-1,1,2-三氯化磷环戊烷和氯化氢；

（3）将 2-氯-1,1,2-三氯化磷环戊烷与 62 重量份的氧气反应生成 2-氯-2-氧合-1,1,2-三氯化磷环戊烷，蒸馏得出。

2. 根据权利要求 1 所述的 2-氯-2-氧合-1,1,2-三氯化磷环戊烷的制备方法，其特征在于，所述三氯化磷、乙二醇的纯度均≥99%。
2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷的制备方法

【0001】

技术领域
【0002】本发明涉及一种含磷有机化合物中间体的制备方法，具体是涉及一种2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷的制备方法。
【0003】

背景技术
【0004】2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷，分子式为C₆H₄ClO₃P，是非常重要的有机合成中间体，是合成含磷重金属配合物的催化剂，是合成具有生物活性的含磷氨基酸、立体定向反应试剂、生物材料等的重要原料。
【0005】目前，在已有方法中，比较典型的是通过乙二醇和三氯氧磷在无水的有机溶剂中反应制备，缺点是反应后的产物容易与三氯氧磷再次进行反应，难以得到目标产物。
【0006】

发明内容
【0007】针对现有技术存在的缺点和不足，本发明提供了一种采用三氯化磷、乙二醇和氧气为主要原料反应生成2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷的制备方法，本发明操作简单，成本低，污染少，适合于工业上大规模应用。
【0008】本发明通过以下技术方案实现：
一种2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷的制备方法，包括以下步骤：
(1)、按照76.7重量份的三氯化磷、34.6重量份的乙二醇和62重量份的氧气备料；
(2)、将76.7重量份的三氯化磷、34.6重量份的乙二醇在二氯甲烷溶剂中，在5℃条件下反应，生成2-氯-1,3,2-二氧磷杂环戊烷和氯化氢；
(3)、将2-氯-1,3,2-二氧磷杂环戊烷与62重量份的氧气反应生成2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷，蒸馏得出。
【0009】优选的，所述三氯化磷、乙二醇的纯度均≥99%。
【0010】三氯化磷、乙二醇和氧气反应生成2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷的反应方程式如下：

\[
\begin{align*}
\text{CH}_3\text{C} & \text{CH}_2\text{OH} + \text{SOCl}_2 \rightarrow \text{CH}_3\text{C} & \text{CH}_2\text{OC} & \text{Cl} + \text{HCl} + \text{SO}_2 \\
\end{align*}
\]
本发明通过将三氯化磷、乙二醇反应得到的中间产物，与氧气产生氧化反应避免了产物聚合的问题，具有操作简单、成本低、污染少、适合于工业上大规模应用的有益效果。

附图说明
图 1 是 2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷制备方法的工艺流程图。

具体实施方式
为了进一步说明本发明的技术方案，下面结合实施例对本发明优选实施方案进行描述，但是应当理解，这些描述只是为了进一步说明本发明的特征和优点，而不是对本发明权利要求的限制。

本实施例所用的三氯化磷、乙二醇的纯度均≥99%。

一种 2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷的制备方法，包括以下步骤（如图 1 所示）：

（1）、按照 76.7kg 的三氯化磷、34.6kg 的乙二醇和 62kg 的氧气备料；
（2）、将 76.7kg 的三氯化磷、34.6kg 的乙二醇在二氯甲烷溶剂中，在5℃条件下反应，生成 2-氯-1,3,2-二氧磷杂环戊烷和氯化氢；
（3）、将 2-氯-1,3,2-二氧磷杂环戊烷与 62kg 的氧气反应生成 2-氯-2-氧合-1,3,2-二氧磷杂环戊烷，蒸馏得出。
三氯化磷、乙二醇、二氯甲烷 5℃

氧气

蒸馏

图 1