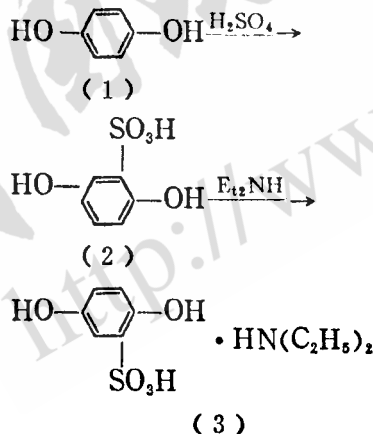


酚磺乙胺合成工艺改进

新广毅 曾荣华 (山东省医药工业研究所, 济南 250100)

酚磺乙胺作为促凝药, 临床上广泛用于手术后防止出血。关于该化合物的合成, 目前国内生产工艺均以对苯二酚为原料与二乙胺和二氧化硫生成的复盐反应。该法生产成本较高。

我们参考文献^{[1]、[2]}, 以对苯二酚为起始原料和硫酸直接反应生成对二酚苯磺酸(2), 再和二乙胺定量成盐。生产操作简单, 成本较低, 适于工业化生产。且收率较高(以对苯二酚计总收率平均70.7%)对苯二酚生产工艺的总收率为54%^[3]。工艺路线如下:



产品经分析检测各项指标均符合中国药典(90版)规定标准。

实验部分

将对苯二酚(7.7 g, 0.07 mol), 1, 2-二氯乙烷200 ml 混和搅拌, 加热至微回流; 于80—85℃滴加浓硫酸(5.3 ml, 0.096 mol)。加毕回流反应30 min; 冷却至室温, 分出二氯乙烷, 向残留固体中加入50 ml 蒸馏水搅拌溶解, 加入二乙胺(8 ml, 0.077 mol)。将混和液减压蒸馏至约一半体积(25 ml)。将残液于0℃冷冻1 h, 析出白色晶状固体。过滤、风干得粗品15.1 g。将粗品加入3 ml 蒸馏水、10 ml 异丙醇、0.5 g 活性炭混和回流15 min, 热滤、冷却至0℃析晶1 h, 得精品12.8 g, mp 127—130℃, 收率70%。

参考文献

- 1 DD(Ger Easf). 141, 924(CA 94:191931)
- 2 Pol. 121, 760(CA 101:60131)
- 3 国家医药管理局. 《全国原料药工艺汇编》1980, 505

收稿日期: 1996-01-11