

β -二乙氨基氯乙烷合成工艺的改进¹

嵇学林¹ (镇江医学院有机化学教研室, 镇江 212001)

任 勇 华维一 (中国药科大学新药研究中心, 南京 210009)

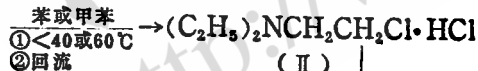
摘要 通过对现有工业方法进行改进, 用等摩尔 SOCl_2 在氯仿溶剂中, 于 35°C 氯代 β -二乙氨基乙醇得标题化合物。产物收率提高到 75% 以上, 降低了物耗、减少了三废。

关键词 β -二乙氨基氯乙烷 氯代 β -二乙氨基乙醇 工艺改进

β -二乙氨基氯乙烷(I)是胃复康、氯蔗糖、枸橼酸盐、乙胺香豆素盐酸盐、安胃灵等药物的重要原料, 并在新药研究、有机合成及染料、农药工业中得到广泛应用。该化合物的合成是由 β -二乙氨基乙醇(II)经氯代而成。文献报道的氯代方法主要有两种: 1. (II) 用氯化氢或盐酸氯代制备^{[1][2]}, 该法需在高温高压下进行, 对反应容器的要求较高是其缺点, 且反应时间较长, 一般约需 24~36 h; 2. 用氯化亚砷在苯或甲苯中进行氯代^{[3][4]}, 此法操作容易, 仪器要求不高, 但收率较低, 且氯化亚砷用量多, 物耗多, 三废污染大, 我国目前工业上均采用此法。综合



(III)



(II)



(I)

以上两法, 结合我国国情, 我们对现有工业方法进行了改进, 用等摩尔氯化亚砷在较低温度下进行氯代, 降低了物耗, 并使产物收率提高到 75.3%, 具

有一定的应用价值。

实验部分

在 150 ml 三口瓶中加入 11.7 g (0.1 mol) II 及 30 ml 干燥氯仿, 搅拌下滴加 7.3 ml (0.1 mol) SOCl_2 与 10 ml 氯仿的混合液, 控温 10°C 以下, 滴毕加热至 $25\sim30^\circ\text{C}$ 保温反应 4 h, 加水 20 ml, 用 30% NaOH 中和至 $\text{pH } 10\sim11$, 分出有机层, 水层用氯仿提取三次, 合并有机相, 饱和食盐水洗涤后用无水 CaCl_2 干燥, 脱溶剂, 减压蒸馏收集 b. p. $78\sim80^\circ\text{C}/1.063\times10^4 \text{ Pa}$ (文献^{[3][4]} $70\sim80^\circ\text{C}/1.063\times10^4 \text{ Pa}$) 的馏分 10.2 g, 收率 75.3% (文献^{[3][4]} 60~70%)。

参 考 文 献

- 1 JP 63-277, 649 1988 (CA 110: 212119)
- 2 JP 57-179, 135 1982 (CA 98: 197594)
- 3 章恩规等. 精细有机化工制备手册. 北京: 科学技术文献出版社, 1994 P 123
- 4 国家医药管理局. 全国原料药工艺汇编. 北京: 国家医药管理局, 1980 P 948
- 5 任勇, 彭世勋, 华维一. 博士论文. 南京: 中国药科大学, 1995. P 80

收稿日期: 1996-09-09

¹ 江苏省自然科学基金资助

Synthesis of 2-diethylaminoethyl Chloride

Ji Xue-lin et al

(Zhenjiang Medical College, Zhenjiang 212001)

Abstract 2-diethylaminoethyl chloride, an important intermediate of drugs, was prepared in 75.3% yield from 2-diethylaminoethanol by chlorination with equivalence molecule SOCl_2 . The effect of solvents, temperature and amount of SOCl_2 for reaction was observed.

Key words 2-diethylaminoethyl chloride, 2-diethylaminoethanol, chlorination, synthesis

(on page 32)