

磺胺醋酰钠的合成优化

吕晓彤

(西北民族大学 化工学院, 甘肃兰州 730124)

摘要: 探索提高磺胺醋酰钠收率的方法, 以提高实验室教学效果。在以磺胺和醋酐为主要原料合成磺胺醋酰钠的基础上, 加入4-二甲氨基吡啶进行催化反应, 得到白色结晶6.82g, 最终收率为57.69%。说明采用这种制备磺胺醋酰钠的方法效率更高。

关键词: 磺胺醋酰钠; 4-二甲氨基吡啶; 合成

中图分类号: R914.5 **文献标志码:** A **文章编号:** 1003-6490(2018)07-0005-01

Synthesis Optimization of Sulfacetamide Sodium

Lv Yi-tong

Abstract: Objective To explore the method of increasing the yield of sulfacetamide sodium so as to improve the effect of laboratory teaching. Methods Based on the synthesis of sulfacetamide sodium with sulfanilamide and acetic anhydride as the main raw materials, the catalytic reaction of 4-dimethylaminopyridine was added. As a result, 6.82 g of white crystals were obtained with a final yield of 57.69%. Conclusion This method of preparing sodium sulfacetamide is more efficient.

Key words: sulfacetamide sodium; 4-dimethylaminopyridine; synthesis

磺胺醋酰钠 (Sulfonamide Sodium), 化学名 N-[(4-氨基苯基) - 磺酰基]- 乙酰胺钠 - 水合物, 化学分子式: $C_8H_9N_2O_3SNa \cdot H_2O$, 本品为白色结晶性粉末, 分子式中含有一个结晶水^[1], 无臭、微苦、易溶于水, 微溶于乙醇、丙酮。磺胺醋酰钠为短效磺胺类药物, 具有广谱抑菌作用, 在临床上主要应用于沙眼、结膜炎等眼科感染^[2], 也用于霉菌性角膜炎、沙眼和衣原体感染的辅助治疗, 以及结膜、角膜及内眼手术的前、后预防感染^[3]。本次课题中, 选用磺胺和醋酐为主要原料, 通过控制温度和 pH, 使制备的磺胺醋酰钠纯度更高。这种制备磺胺醋酰钠的方法简单、便捷, 适于磺胺醋酰钠的大批量生产。

1 试剂与仪器

1.1 试剂

磺胺、醋酐、氢氧化钠、盐酸、活性炭、丙酮、4-二甲氨基吡啶等均为市售分析纯。

1.2 仪器

三颈烧瓶、温度计、直形冷凝管、水浴锅、JJ-1 电动搅拌机、SHZ-D (III) 循环水式真空泵、抽滤瓶等。

2 方法

2.1 磺胺醋酰的制备

在装有搅拌棒及温度计的三颈瓶中, 加入磺胺 8.6g, 4-二甲氨基吡啶 0.305g, 22.5% NaOH 溶液 11mL, 开动搅拌机, 于水浴上加热至 50℃ 左右。

待磺胺溶解后, 加入醋酐 3.6mL 和 77% NaOH 2.5mL, 随后, 将剩余的 77% NaOH 和醋酐分 5 次交替加入, 交替加入的时间间隔为 5min (一共需要加入醋酐 13.6mL, 77% NaOH 12.5mL)。加料期间应将反应温度维持在 50~55℃; 加料完毕后在该温度下反应 30min。反应完毕, 停止搅拌, 加去离子水 30mL 稀释反应液, 将反应液置于冰水中, 用 36% 盐酸调节反应液的 pH=7, 静置 30min, 抽滤。用 36% 盐酸调节滤液的 pH 为 4~5, 抽滤得到白色固体粉末。

用 3 倍量 10% 盐酸溶解得到的白色粉末, 搅拌后抽滤, 滤液加入少量活性炭脱色 15min 后抽滤。用 40% NaOH 调节滤液的 pH=5, 抽滤, 析出的固体即磺胺醋酰^[4]。

2.2 磺胺醋酰钠的制备

在 90℃ 热水浴中, 用 20% NaOH 溶解磺胺醋酰, 磺胺醋酰恰好溶解时, 在冰水中冷却, 析出结晶, 抽滤 (用丙酮转移)

收稿日期: 2018-04-19

作者简介: 吕晓彤 (1997-), 女, 河北高邑人, 本科在读, 主要研究方向为制药工程。

干燥, 计算收率。

3 结果与讨论

3.1 结果

收率结果见表 1。

表1 磺胺醋酰钠的收率

过程	称重/g	收率/%
制备磺胺醋酰	10.16	42.72
制备磺胺醋酰钠	6.82	57.69

3.2 讨论

实验中, 通过选用 4-二甲氨基吡啶为催化剂, 最终使产品收率达到 57.69%, 并且操作简单, 显著地缩短了反应时间, 且对原实验合成路线改动不大, 因此提高了实验教学效果, 也可以调动起学生的积极性。

4 结束语

在反应体系中加入催化剂后, 磺胺醋酰钠的收率明显提高, 但是在反应过程中, 温度和 pH 的控制对磺胺醋酰钠收率影响也比较大。反应体系中碱度过大时, 容易引起磺胺醋酰和磺胺双醋酰水解成磺胺, 其结果是磺胺较多, 磺胺醋酰次之, 磺胺双醋酰较少^[5]; 碱度过小时, 磺胺双醋酰分子结构中的 N-乙酰基不易水解下来, 其结果是磺胺双醋酰较多, 磺胺醋酰次之, 磺胺较少^[5], 所以合成磺胺醋酰钠必须控制好 pH 值。在加料的过程中, 如果一次性加入大量醋酐容易导致溶液 pH 值变化较大, 因此可以通过控制醋酐和氢氧化钠溶液的加入量和次序来调节溶液的 pH。因此在加入催化剂的前提下, 可以对合成磺胺醋酰钠的温度和 pH 条件进行优化, 以进一步提高磺胺醋酰钠的收率。

参考文献

- [1] 王维忠, 钱南平. 紫外分光光度法测定磺胺醋酰钠滴眼液的含量 [J]. 现代医药卫生, 2005, 21 (3): 258-259.
- [2] 史海波, 钟晓秋, 吴文博. 4-二甲氨基吡啶催化合成磺胺醋酰钠的研究 [J]. 化学世界, 2016, 4: 235-238.
- [3] 何黎琴, 完茂林. 磺胺醋酰钠合成路线改进 [J]. 安徽化工, 2003, 2 (2): 16-17.
- [4] 师永清, 康淑荷. 药物合成实验指导 [M]. 兰州: 兰州大学出版社, 2011: 99-101.
- [5] 张斌, 方诗涵, 陈安丹, 等. 基于学生审辨式思维能力培养的药学类化学实验磺胺醋酰钠合成研究 [J]. 安徽化工, 2017, 46 (18): 166-167.