

磺胺醋酰钠的合成工艺

* 乐夏云

(西北民族大学 化工学院 甘肃 730030)

摘要: 目的: 合成磺胺醋酰钠, 了解通过控制反应条件纯化产品的方法。方法: 以磺胺为原料, 交替加入醋酐和77%的氢氧化钠, 严格控制反应条件中的pH。结果: 得到磺胺醋酰钠3.73g, 产率为19.7%。结论: 由于操作问题得到的磺胺醋酰的产率不高, 该方法仅适用于教学。

关键词: 磺胺醋酰钠; 磺胺醋酰; 合成

中图分类号: 0 **文献标识码:** A

Synthesis of Sodium Sulfacetamide

Le Xiayun

(College of chemical Engineering, Northwest Minzu University, Gansu, 730030)

Abstract: Objective: Synthesis of sulfonamide sodium, understanding the methods of purification of products by controlling the reaction conditions, have the deeper understanding of the general physicochemical properties of sulfa drugs. Methods: Used sulfanilamide as raw materials, alternately acetic anhydride and 77% sodium hydroxide, strictly control the pH of the reaction conditions. Results: obtained sodium sulfacetamide 3.73 g, and the yield were 19.7%. Conclusions: The method is only suitable for teaching, as the yield of sulfonic acetate-acyl is not high due to the problem of the method of operation.

Key words: sodiumsulfacetamide; sulfacetamide; synthetic

磺胺醋酰钠为短效磺胺类药物, 具有广谱抑菌作用。因与对氨基苯甲酸竞争细菌的二氢叶酸合成酶, 使细菌代谢受阻, 无法获得所需嘌呤和核酸, 导致细菌生长繁殖受抑制。磺胺醋酰钠制剂类型主要为滴眼液, 用于结膜炎、角膜炎、泪囊炎、沙眼及其他敏感菌引起的眼部感染。磺胺醋酰钠的合成是药物化学本科学生实验教学中的常规项目, 教学中参考师永清, 康淑荷主编的《药物合成实验指导》中的实验步骤进行实验。李零等通过实验研究发现延长交替滴加醋酐时间、反应温度或延长反应时间可提高磺胺醋酰的产量。因此有必要对合成条件进行优化, 以磺胺和醋酐为原料严格控制pH条件先合成磺胺醋酰, 再与氢氧化钠反应合成磺胺醋酰钠。延长交替滴加醋酐时间至10min、反应温度至60~65℃、反应时间至60min。

1. 试剂与仪器

(1) 试剂

磺胺(市售分析纯), 氢氧化钠(市售分析纯), 乙酸酐(市售分析纯), 浓盐酸(市售分析纯), 活性炭。

(2) 仪器

AL104分析天平, 杰瑞尔数显恒温水浴锅, DF-101S集热式恒温加热磁力搅拌器, SHZ-D(III)循环水式真空泵, DHG-9245A电热鼓风干燥箱。

2. 方法

(1) 磺胺醋酰的合成

在装有搅拌棒的100mL三颈瓶中, 加入磺胺17.2g, 22.5% NaOH溶液22mL搅拌, 于水浴上加热至50℃。待磺胺溶解后, 滴加醋酐13.6mL, 77%氢氧化钠12.5mL(首先, 加入醋酐3.6mL与77%氢氧化钠2.5mL; 随后每隔10min交替滴加剩余10mL醋酐与10mL77%氢氧化钠溶液, 每次2mL)。加料期间反应温度维持在60~65℃, 加料完毕保温反应60min。反应完毕后, 将反应液倾倒入250mL烧杯中, 加适量水稀释, 于冷

水浴中用36%盐酸调节pH至7, 放置30min并不时搅拌, 抽滤除去析出的固体。滤液用36%盐酸调pH至4~5, 有固体析出, 抽滤, 得白色粉末, 用3倍量10%盐酸使之溶解, 不时搅拌, 抽滤除去不溶物。滤液加少量活性炭室温脱色10min, 抽滤。滤液用40%氢氧化钠溶液调至pH为5, 析出固体, 抽滤、压干, 干燥, 得到磺胺醋酰固体。

(2) 磺胺醋酰钠的合成

将所得的磺胺醋酰投入50mL烧杯中, 水浴加热至90℃滴加计算量的20%氢氧化钠溶液至固体恰好溶解, 放冷析出晶体, 抽滤(用丙酮转移), 干燥, 得磺胺醋酰钠, 计算收率, 结果见表1。

药物名称	质量/(g)	收率/%
磺胺醋酰	10.02	46.8
磺胺醋酰钠	3.73	42.2

表1 实验数据及结果记录

Table 1 Experimental data and result records

3. 结果与讨论

投入17.2g磺胺, 收得磺胺醋酰10.02g, 磺胺醋酰钠3.73g, 总收率19.7%。反应完毕应该是透明的液体, 而我们得到的是淡黄色的滤液, 说明除了双乙酰化物生成之外还有其它副产物生成, 造成磺胺醋酰的产率降低。损失主要是磺胺醋酰钠黏在旋蒸瓶的壁上。还有就是由于磺胺醋酰钠易溶于水, 在放冷析晶这一步没有产物析出, 必须要减压旋蒸除去水之后才有产物出现。制备磺胺醋酰钠时, 应该加入计算量的20%氢氧化钠, 实际上氢氧化钠还没加完磺胺醋酰固体已经完全溶解了, 而磺胺醋酰钠的水溶性很大, 我们滴加的氢氧化钠可能已经超过了反应本身所需的量, 所以损失很大。又或者是我们制得的磺胺醋酰纯度不够, 使计算的理论产量偏高, 磺胺醋酰钠的产率降低。另一方面就是操作过程

石油化工设备维修相关问题探讨

*徐 军

(弓箭玻璃器皿(中国)有限公司 江苏 210046)

摘要: 石油化工设备的维修是保证设备安全运行的重要措施之一。设备维修主要有恢复设备技术性能,发现、排除、消除故障及故障隐患及可将设备使用寿命延长等优点。目前,我国石油化工行业已具备相当大的规模,存在设备维修种类多、范围广、数量大等特点。但对于其他发达国家而言,我国的设备维修行业起步较晚,维修技术尚不成熟,仍有许多问题存在于设备维修工作中。而这些问题都会致使设备使用可靠性差及发生重大事故等。基于此,本文主要就石油化工设备维修相关问题展开了探讨。

关键词: 石油化工设备; 维修; 相关问题

中图分类号: T **文献标识码:** A

Discussion on Problems Related to Maintenance of Petrochemical Equipment

Xu Jun

(Bow and Arrow Glassware (China) CO., LTD., Jiangsu, 210046)

Abstract: Maintenance of petrochemical equipment is one of the important measures to ensure the safe operation of equipment. The equipment maintenance has mainly the advantages of recovering the technical performance of the equipment, finding, removing, eliminating faults and hidden troubles and prolonging the service life of the equipment. At present, petrochemical industry in China has a considerable scale, and equipment maintenance has the characteristics of many kinds, wide range and large number. However, compared with other developed countries, equipment maintenance industry in China started late, and maintenance technology is not mature enough, and there still exists many problems in equipment maintenance work. All these problems will result in poor reliability and major accidents in equipment use. Based on this, this paper mainly discusses the problems related to petrochemical equipment maintenance.

Key words: petrochemical equipment; maintenance; related problem

1. 新时期做好石油化工设备维护与检修的重要性

在新时期积极做好石油化工设备维护与检修工作意义重大,其中主要包括两点,第一是对实现石油企业的可持续发展而言具有推动性,无论从宏观角度还是微观角度分析,均可以清楚的了解到石油化工设备维护与检修是当前企业经营管理中不可或缺的一部分,且在整个发展过程中,生产设备需要管道相互连接,其中当化工原料从设备的一端进入之后到另一端产出中间不会产生间隔,这种发展背景对设备维护与检验提出了更高的要求,其中如果一台设备发生故障,

那么则需要对单位以及子系统的设备进行同步检修,且涉及到的范围比较广,费用较高。第二是在新时期积极做好石油化工设备维护与检验是提高正常运行的基础,与其它企业相比较可以了解到石油化工企业在设备维护以及检修方面具有危险性与复杂性,所以如果一旦发生问题,那么则会对产品的生产速度造成影响,尤其是技术人员不提高警惕,还会对生命安全造成危害,因此积极做好化工设备维护检验意义重大。

2. 石油化工设备维修过程中出现的问题

(1) 未做好故障分析。积极做好故障分析才能从根本上

下转第119页

上接第117页

中出现的操作误差导致磺胺醋酐钠的产率下降。由于磺胺醋酐在体积分数为70%~75%的乙醇溶液中溶解度最大,而对双乙酰化产物溶解度极小,故可以用乙醇代替10%的盐酸溶解磺胺醋酐,其优点为不经过酸碱中和反应,提高了产率的同时还减少了环境的污染。

4. 结论

此实验方法与药物化学实验教材中的方法完全相同,仅调整交替滴加醋酐时间至10min,反应温度至60~65℃和延长反应时间至60min。由此实验方法合成磺胺醋酐的产率较低,仅为19.7%,该方法不适用于工业生产,仅适用于实验教学。

【参考文献】

- [1] 刘座杓. 浅谈药物化学实验中磺胺醋酐钠的合成[J]. 中国石油和化工标准与质量, 2012, 33(16): 30.
- [2] 闻轲. 药物合成反应[M]. 化学工业出版社, 2010.
- [3] 尤启东. 药物化学实验与指导[M]. 中国医药科技出版社, 2008.
- [4] 袁干军, 黎岳南, 任兆平, 焦亮. 培养学生科学思维的头脑——

浅谈药物化学实验中磺胺醋酐钠的合成[J]. 中国科教创新导刊, 2009(11).

[5] 何黎琴, 完茂林. 磺胺醋酐钠合成路线改进[J]. 安徽化工, 2003(02).

[6] 王淑月, 张二巧, 袁志法. 磺胺醋酐合成技术研究[J]. 河北科技大学学报, 2005(02).

[7] 李志裕, 林克江, 尤启冬, 李明富. 磺胺合成工艺的改进[J]. 中国药科大学学报, 2000(01).

[8] 李零, 胡伦香. 药学专业学生实验教学磺胺醋酐钠合成工艺的改进[J]. 贵州医学院学报, 2010, 35(6): 646-647.

[9] 师永清, 康淑荷. 药物合成实验指导[M]. 兰州: 兰州大学出版社, 2012: 99-101.

[10] 詹长娟, 徐伟, 王华等. ZH00磺胺醋酐钠合成工艺的改进[J]. 应用化工, 2015, 41(1): 119-121.

【作者简介】

乐夏云(1995-)女, 西北民族大学 化工学院; 研究方向: 医药与化学。