

丙硫咪唑精制工艺的改进

王洪林

(金坛市试剂厂, 金坛, 213241)

一、概 述

我厂自1990年起生产医药中间体丙硫咪唑,但采用传统工艺所产产品的色泽、含量等质量指标不能令人满意,而且粗品精制成成品的收率也比较低。这样,不但产品的成本高,而且给产品的销售带来一定的难度。为此,我们经过反复地改革和试验,自行开发了利用混合溶剂回流精制丙硫咪唑的新工艺,使得产品的色泽、含量以及精制收率等方面都有了明显的提高。

二、新老工艺的对照

本厂传统工艺流程为:

混合溶剂(甲醇和甲苯按2:1的比例配成)丙硫咪唑粗品→搅拌、浸泡→离心(或压滤)→砂滤水水洗→水磨→离心(或压滤)→烘干→粉碎→成品。

传统工艺简介:

将丙硫咪唑粗品和混合溶剂按1:3的比例投入反应釜中,搅拌、浸泡3~4h,然后离心(或压滤)脱混合溶剂。混合溶剂蒸馏回收套用,反复重复浸泡、离心这一过程,直至产品的含量≥98.6%方可投入水洗锅水洗。一般需要7~10次。在水洗锅中用砂滤水浸泡、搅拌1h后,用胶体磨磨一遍,离心脱水。脱水后的产品在烘箱中烘干。干品粉磨后包装。

改进后的新工艺流程为:

混合溶剂(甲醇与甲苯的比例作了变动)丙硫咪唑粗品→搅拌、升温回流→冷却降温→离心(或压缩)→改善了水质的水水洗→水磨→离心(或压缩)→烘干→粉碎→成品。

新工艺简介:

将丙硫咪唑粗品和混合溶剂按一定的比例投入反应釜,搅拌均匀,升温回流1.5h。回流结束,冷却降温后,用离心机脱溶剂,同时用甲醇漂洗。混合溶剂回收套用。反复重复回流、离心这一过程,直至含量≥99.3%方可投入水洗锅水洗。一般只需洗2~4次。在水洗锅中用50~60℃的改善了水质的水浸泡、搅拌0.5h后,用胶体磨磨,然后离心脱水。潮品在烘箱中烘干。干品粉碎后包装。另外,新工艺在溶剂回收套用过程中,还注意调节混合溶剂pH值,以利于除去产品中的无机类杂质。

新工艺与传统工艺的比较:

(1)改变了混合溶剂中甲醇与甲苯的比例 在丙硫咪唑粗品的精制过程中,使用混合溶剂是为了除去粗品中的有机类杂质成分。丙硫咪唑具有微溶于低级醇等溶剂的性质,并从价格因素考虑,选用甲醇和甲苯配制溶剂是可行的。我们通过一系列试验和生产实践发现:如果单纯的只用甲醇或甲苯作溶剂,很难制得符合质量要求的产品。特别是用甲苯作溶剂时,物料粘

性大,极难离心脱溶剂。如果混合溶剂中甲苯比例过低,其精制效果比传统工艺的精制效果无多大进展。如果混合溶剂中甲苯比例过高,物料粘性较大,难离心脱溶剂,而且产品投入水洗锅后呈块状分布,分散性差,影响水洗效果。我们在各项实验结果的基础上,结合生产实践的经验,确定了新工艺中配制混合溶剂时甲醇和甲苯之间的最佳比例。

(2)改变了粗品和混合溶剂的投料比 这样使生产处理能力尽可能地大些。

(3)调整了溶剂的 pH 值 在丙硫咪唑的生产过程中所使用的工业硫化钠、盐酸等会带入一些象正三价铁离子一类带显色的无机盐离子。而混合溶剂在蒸馏回收过程中,由于釜内的部分残渣分解,使蒸得的混合溶剂 pH 值升高。如果溶剂的 pH 值不作调整,会使那类显色的无机离子以水不溶物形式附着于产品表层,那么在水洗过程中就难以除去这类物质,使产品的色泽、含量等指标受到影响。

(4)采用升温回流,缩短了处理周期 通过升高溶剂的温度,使杂质在溶剂中的溶解度增大;通过回流,使杂质向溶剂中溶解扩散的推动力增大。这两方面的协同作用,从而加快了精制速度,缩短了处理周期。

(5)改变了水洗用水的水温、水质 在丙硫咪唑粗品所含的杂质中,有部分是无机盐类杂质。这些盐类或显色或不显色,对产品的含量等质量指标有影响。显色的盐类杂质还会对产品的色泽造成影响。水洗是除去这些无机杂质的关键步骤。通过升高水温、改善水质,使这些杂质尽可能多地溶于水而被除去,以提高产品的质量。

三、结果与讨论

(1)劳动时间:在处理相同数量的粗品时,新工艺所需的劳动时间仅是传统工艺的 1/3。

(2)消耗混合溶剂的量:传统工艺消耗混合溶剂的量为 $6\sim 7t/(t \text{ 成品})$;新工艺消耗混合溶剂的量为 $4\sim 5t/(t \text{ 成品})$ 。消耗降低的同时,也就降低了成本。

(3)收率:在生产过程中,传统工艺的精制收率为 70%左右;采用新工艺后的收率增至 80%左右。

(4)主要质量指标:

	美国标准	传统工艺生产的产品	新工艺生产的产品
色泽	类白色或白色	类白色	白色
含量	$\geq 98\%$	$\geq 99\%$	$\geq 99.5\%$

结果表明,采用改进工艺所生产的产品,其质量远优于美国标准的要求,且节省了劳动时间,降低了成本,提高了收率,具有一定的先进性,可以在生产中推广应用。