

用水精制敌百虫的生产方法——内冷却法

上海第一医学院附属红旗制药厂

敌百虫的精制有有机溶剂结晶法和水结晶法二种。敌百虫在一般有机溶剂中溶解度很小,用此等溶剂重结晶难以工业化。1955年Lorenz^[1]等报告用二步法合成敌百虫的实验室工作时曾提及可用水精制,但未说明具体条件。我厂于1959年研究了敌百虫水结晶条件^[2]:取70%粗敌百虫10份,溶于4份80℃热水中,溶液冷却至0℃结晶。此法因结晶时间长,结晶成块,在大量生产时发生很大困难。当粗敌百虫含量为85—90%时,在水中溶解度降低,按照上列10:4配制的溶液,很容易分层,只有把用水量增加到敌百虫用量的4.5倍才能配成均一溶液,将此溶液在0℃时结晶,得率仅为50.85%(以粗品含量折算),而且结块现象仍然存在。以后发现用敌百虫10份与水2.5份(3份以下均可)配成的溶液,虽冷至30℃也不分层。加冰块到该溶液中,进行内冷却搅拌结晶,结晶时间大大缩短,而且由于冰块表面随时融化成水,使析出的结晶疏松,同时解决了结块问题,实验室得率可达95%,比上法有显著提高,扩大试验(为实验室的250倍)得率为83.6%。

生产实践证明,内冷却法具有设备简单、操作方便、结晶时间短、结晶疏松等优点,可以不用冷冻设备,在15—20℃室温中进行结晶,生产量可大可小。因此是精制敌百虫的一个简便而经济的生产方法。我厂生产二年后看到美国化学文摘刊载的Lothar Zoelch

等用水精制敌百虫的外国专利,但该专利是外冷却法,与我厂的不同。

参 考 文 献

- [1] Lorenz, W., Henglein, A. & Schrader, G.: The New Insecticide *o, o*-Dimethyl 2, 2, 2,-Trichloro-1-hydroxyethylphosphonate. *J. Am. Chem. Soc.*, 1955, **77**, 2554.
- [2] 上海第一医学院药学系,上海红旗制药厂:敌百虫一步合成法,化学世界,1960年2月57—60页。