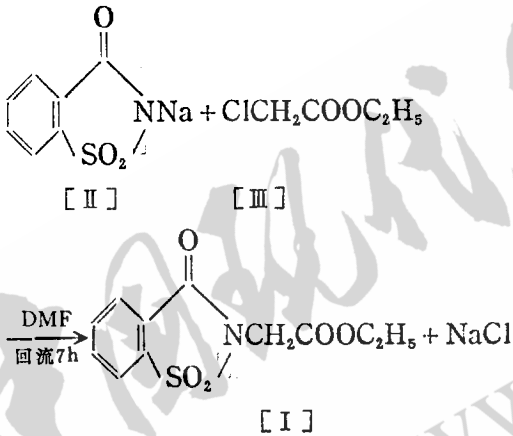


3-氧代-1.2-苯骈异噻唑-2-乙酸乙酯-1.1-二氧化物合成的改进

吉化公司辽源制药一厂(吉林省辽源市, 136200) 孙跃珍 鲍波涛

3-氧代-1.2-苯骈异噻唑-2-乙酸乙酯-1.1-二氧化物[1]是合成苯骈异噻唑类非留体抗炎药炎痛喜康等的重要中间体。[1]是由以糖精钠[II]为起始原料与氯乙酸乙酯[III]在DMF溶剂中缩合制得。



国内对此合成方法做了大量的研究。文献^[1]收率70%，mp 104~106℃；文献^[2]收率90~92%，mp 95—105℃而且所有文献均采用市售含水糖精钠干燥至恒重后用无水糖精钠投料。在生产中需要大量的蒸汽干燥

数小时，本文采用含水糖精钠直接投料。加少量甲苯分水。同时减少DMF溶剂的用量，取得了满意的效果。收率达98.6%左右，mp 102~106℃，这不仅提高了收率，又节约了大量能源和价格昂贵的DMF溶剂。

实验部分

3-氧代-1.2-苯骈异噻唑-2-乙酸乙酯-1.1-二氧化物[1]的制备：

在装有搅拌器，温度计，分水器的反应瓶中，加入含水糖精钠50g(0.207 mol)，氯乙酸乙酯34.5g(0.282 mol)，DMF 47.25g(0.646 mol)、甲苯30 ml，在搅拌下加热分水后回流7小时，降温70℃左右加入乙醇100 ml，然后将反应液倾入400g的冰水中，搅拌待冰全部融化后，抽滤水洗至中性，干燥得[1]55g，收率98.6%，mp 102~106℃

参考文献

- [1] 刘宏义等：医药工业：1983(1):3
- [2] 刘松林等：医药工业：1982(1):6