

地方工业丛书

(化工轻工类)

林西喃呋制醛糠

化学工业部上海工作组编



科技卫生出版社

糠 醛 制 呋 喃 西 林

一、前 言

上海美林登化学制藥厂除生产成藥外，自去年进行原料藥物的試制。強力杀菌剂呋喃西林即为今年試制成功的新产品，并已小量生产。在节省材料，找寻設備代用方面，該厂做了不少工作，如以柴油桶改做两个水浴，利用廢鉛桶燒水供給蒸汽，用电扇的小馬达做攪拌动力，又如用洗米用的掏籬作過濾器等，既省錢又能很快地得到产品。目前每天产量4公斤，到今年第四季度將增产至每月一吨。目前操作人員有9人。这里介紹該厂的生产情况。

二、用 途

呋喃西林为呋喃屬中最新及最佳的杀菌剂，应用面极广。內服，对腸、腎臟、膀胱等消毒有效。外用可治化膿性外伤，灼伤及皮肤移植等。耳科方面对治疗中耳炎有很好效果。其他对各种炎膿皆有显著功效。

呋喃西林除人用外，又广泛治疗牲畜的炎症，如对雛鷄白痢及球虫病（即鷄瘟）特別有效，該厂已做成制剂（健鷄粉）分发上海家禽公司使用。另外，能治疗馬及駱駝的錐虫病，猪的腸炎及副伤寒，母牛的乳腺炎等，亦能用于牛奶及食品工业

的防腐。

三、原 料

醋酐

濃硝酸

糠醛

濃硫酸

氨苯脲素(新中化工厂供应)

磷酸三鈉

酒精(95%)

四、主要設備

1. 蒸餾器: 2~3套。蒸餾糠醛用, 玻璃制。

2. 硝化反应鍋: 4只, 系鋁制。直徑为 40 公分, 可放30升作用物。4只反应鍋并排放在一个通风櫥內。通风櫥上有木制排风管, 用动力抽风(或用自然排风)。

每个鍋附: (1) 攪拌器, 一只馬达拖 4 只攪拌器。

(2) 溫度計。

(3) 分液漏斗。

(4) 水浴桶, 由半只柴油桶做成, 下用煤球爐加热。

3. 過濾桶: 木制, 上放竹編掏籬作過濾用。2~3套。

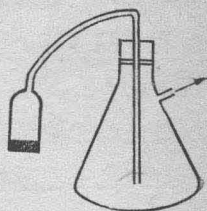
附 貯存缸: 一只陶瓷制, 貯存硝化液用。

4. 精制瓶: 兩只玻璃制, 10升。

附 ①水浴桶: 半只柴油桶制成, 用煤球爐加热, 兩套。

②吸濾瓶：兩只，玻璃制，10升。

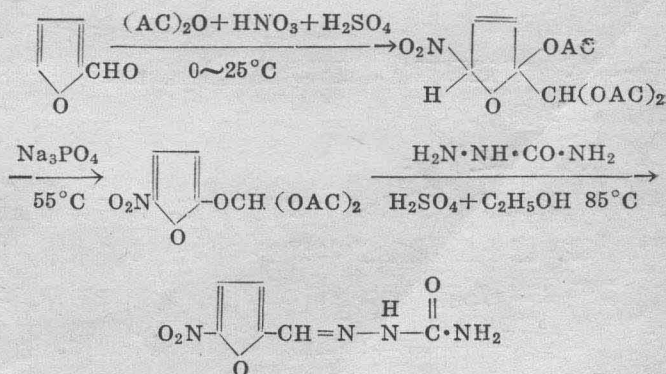
在瓶上按一个玻璃漏斗，漏斗用綢布及濾紙包住，吸濾時將該漏斗放在精制瓶內（主要是趁熱法濾用）。



5. 縮合桶：耐酸搪磁制，容積為20升，1~2只。

附水浴桶：以半只柴油桶制成，用煤球加熱。

五、生產方法



1. 糠醛蒸餾

將糠醛置蒸餾瓶中在油浴上減壓蒸餾，除去水分，並收集純淨之糠醛。

2. 二乙醯硝基呋喃甲醛之製備——硝化：

在水浴桶內先加水及鹽以備冷卻。于硝化鍋內加入醋酐9.6升，冷卻至 5°C 。滴入混有1.7% 硫酸（比重1.84）之硝酸

1.36公斤（緩慢滴入）开动攪拌，使温度逐漸上升至 25°C 。再慢慢使温度降至 5°C 左右。緩慢滴入糠醛約1.28公斤（先慢后快，約1小时加完），温度保持 25°C 。并不断攪拌，直至反应液由綠色轉为淡黃色，立刻加入冷水，时加攪拌。放置半小时，即有白色三乙醚物沉淀。然后加入磷酸三鈉 1.2 公斤（配成20%溶液后放入）。調节酸性在 pH 3~4之間，加热 $50\sim 55^{\circ}\text{C}$ ，保持一小时，即有二乙醚硝基呋喃甲醛晶体析出，放置，過濾，用水洗清，烘干，即得。熔点为 $85\sim 92^{\circ}\text{C}$ ，約得1.8公斤中間体。

3. 二乙醚硝基呋喃甲醛之精制：

取粗制品 1.5 公斤加10倍量的乙醇及少量活性炭粉。加热至 $70\sim 80^{\circ}\text{C}$ 时，趁热吸濾。晶体用酒精及蒸餾水洗滌。干燥，得精制品1.35公斤。

4. 呋喃西林之合成：

將鹽酸胺基脲素（現由新中化工厂供应，以后美林登藥厂將以水合肼和脲素直接縮合）0.67 公斤溶于 18 升水中，慢慢加入濃硫酸 1.2 公斤，再加酒精 2.4 升，加热并攪拌，一面攪拌，一面加入1.38公斤二乙醚硝基呋喃甲醛中間体，加温至 85°C 保持1.5小时，結晶析出，放置过夜，過濾，用酒精洗清，并用蒸餾水洗至无氯根及硫酸根为止。烘干，得黃色呋喃西林成品，約1.1公斤。

六、消耗定額

每公斤呋喃西林約需：

醋 酐 7.8 公斤

硝 酸	1.02公斤
糠 醛	1 公斤
氨基脲素	0.7 公斤
磷酸三鈉	1 公斤

七、檢驗方法

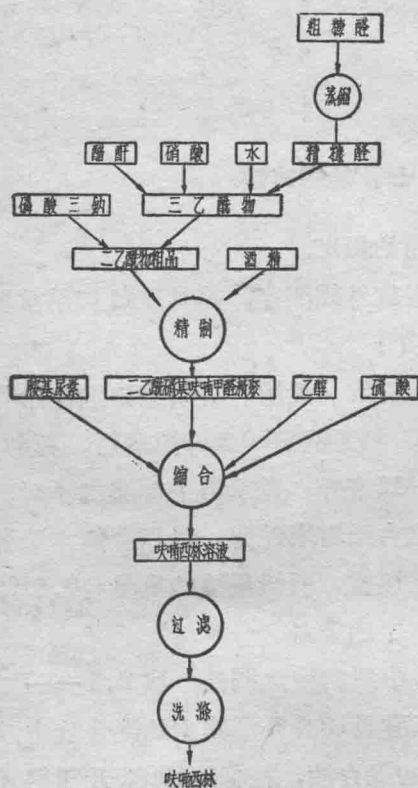
本产品符合医藥使用的規定。

含量測定：在国外用紅外線測定，美林登藥厂用重量法測定（日本方法），方法如下：

取本品約0.07克精密秤定，置附有玻璃磨口迴流冷凝器，容量为125毫升的燒瓶中，加无醛醇50毫升溶解后，再加入2.4——二硝基苯肼試液12~15毫升，置水浴上加热二小时，放置过夜，用預先評定重量之古氏坩堝過濾。并以蒸餾水洗滌2~3次。于95~100°C 干燥至恆重，所得殘渣的重量与0.6169相乘即為檢品中含有 $C_6H_6N_4O_4$ 的重量。

〔註〕2.4——二硝基苯肼試液之制备，取2.4——二硝基苯肼1.5克溶于10毫升硫酸及10毫升蒸餾水的混合液中，然后加1:3的无醛醇及蒸餾水的混合液，稀釋至100毫升即得（必要时過濾）。

八、生产流程示意图



糠 醛 制 呋 喃 西 林

編者 化学工业部上海工作组

*

科 技 卫 生 出 版 社 出 版

(上海南京西路2004号)

上海市书刊出版业营业许可证出093号

上海大众文化印刷厂印刷 新华书店上海发行所总經售

*

开本 787 × 1092 1/32 • 印张 3/16 • 字数 4,000

1958年10月第1版

1958年10月第1次印刷 • 印数 1—3,000

定价: (6) 0.03 元