

2 讨论

2.1 实验中选用了几种流动相:如甲醇-水-冰醋酸;甲醇-水-磷酸缓冲液等,都未能使两种待测组分获较好分离,最后选定本实验所选流动相: 0.1% H_3PO_4 - CH_3CN (85:15),乙腈含量若低于10%,氟哌酸峰形有较明显拖尾。

2.2 样品水溶液置1个月左右后含量下降约2~3%左

右

2.3 用 μ Bondpak C₁₈, Nove-pak C₁₈柱仍获较佳分离。

参 考 文 献

- 1 许丹科,袁倚盛,屠锡德. 反相离子对色谱法测定人血中的氟哌酸. 第二届全国生物医药学色谱学术论文集(下册) 236-9

2 Griggs DJ and Wise R. A simple isocratic high-pressure liquid chromatographic assay of quinolones in serum. *Journal of Antimicrobial Chemotherapy*, 1989;24:437

二乙醇缩氨基乙醛的合成工艺改进

陈文浩 著 理¹

(药物化学实验室、校分部医务室)

二乙醇缩氨基乙醛是一重要的化工原料,其合成路线如下:

实验部分

邻苯二甲酰亚胺的缩醛制备

称取邻苯二甲酰亚胺钾盐7 g (37.8 mmol), 二乙醇缩溴代乙醛6 g (30.5 mmol)投于封管中, 加DMF 38 ml, 旋紧封帽, 关闭放气阀, 油浴180~190℃, 电磁搅拌下反应4 h。反应毕, 打开放气阀, 旋开封帽, 倒出反应液, 减压蒸馏, 回收部分溶剂。残余物倒入水中, 放置, 抽滤, 烘干, 得淡黄色固体7~7.25 g, mp. 71~72℃, 收率87.4~90.5% (文献mp. 72℃, 90%)。

二乙醇缩氨基乙醛的制备

上步产物20 g (76.0 mmol)、25%氢氧化钾200 ml, 搅拌下回流20 h。冷却, 乙醚提取, 无水硫酸镁干燥, 蒸去乙醚, 收集162~163℃馏份, 得无色液体8.1~8.5 g, 收率80.2~84.2% (文献162~163℃, 85%)。

参 考 文 献

- 1 Fisher F and Riese H. Preparation and methylation of amino-acetal. *J. Fert. Prakt. Chem.*, 1961; **12**: 177.

(1992-03-08收錄)