

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 C_{18} , Nove-pak C_{18} 柱仍获较佳分离。

参考文献

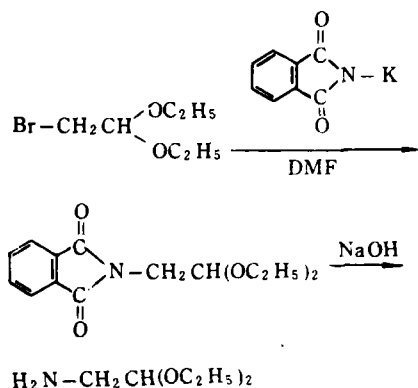
- 1 许丹科,袁倚盛,屠锡德. 反相离子对色谱法测定人血中的氟哌酸. 第二届全国生物医学药学色谱学术论文集(下册) 236-9
- 2 Griggs DJ and Wise R. A simple isocratic high-pressure liquid chromatographic assay of quinolones in serum. *Journal of Antimicrobial Chemotherapy*, 1989;24:437

二乙醇缩氨基乙醛的合成工艺改进

陈文浩 董理¹

(药物化学研究室;¹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:



Fisher 和 H. Riese 等人报道了用 Gabriel 反应合成二乙醇缩氨基乙醛^[1],反应条件较温和,但反应时间长,重现性差,收率不稳,往往有油状物产生。为此我们采用封管反应制备,反应时间由原来的50 h 缩短至4 h,收率和文献报道基本一致,而且很稳定,重现性好。

实验部分

邻苯二甲酰亚胺乙缩醛制备

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 aminoacetal. *J Eur Prakt Chem*, 1961;12:177

(1992-03 08收稿)