

微型柱色谱制备辛可宁酒石酸复合物

周朝晖¹ 蒋亚琪¹ 王 毓¹ 章 慧¹ 颜文斌²

(1 厦门大学化学系, 福建 厦门 361005; 2 吉首大学化学系, 湖南 吉首 416000)

摘 要: 报道了用微型柱色谱制备用于不对称相转移催化和多相不对称催化合成的辛可宁季铵盐。

关键词: 微型化学实验; 色谱; 不对称催化; 辛可宁; 酒石酸

辛可宁类生物碱季铵盐不仅作为相转移催化剂用于不对称合成中, 还可作为手性修饰剂用于多相不对称催化合成^[1, 2]。目前在多相不对称催化反应中应用比较成功的手性修饰剂主要有两种: 一种是酒石酸类修饰的 Raney 镍催化剂; 另一种是辛可尼丁类修饰的铂催化剂。它们主要用于 T 或 U 不饱和羰基化合物的不对称氢化反应。这两种催化剂体系的研究都有相当的历史, 各有其优缺点, 似乎又互不相干。为探讨这两种不对称催化体系的相关, 寻找新的催化体系, 本研究直接以辛可宁和酒石酸或酒石酸盐反应, 形成季铵盐, 合成并分离了形成的产物。

微型化学实验是近 20 年来在国内外日益广泛使用的一种实验方法^[3]。它是一种在专门设计的微型化的仪器装置中进行的化学实验, 具有试剂用量少、安全和减少污染等特点。根据这些特点, 本文在上述的实验中采用自制的微型色谱柱, 对合成的产物进行柱色谱分离和纯化。

1 实验部分

所用的试剂为化学纯或分析纯, 反应的合成路线和条件如图 1 所示。色谱分离是在自制的色谱装置上进行, 色谱柱柱长 15 cm, 柱径 0.5 cm, 充柱材料为 40~230 目硅胶, 以甲醇和二氯甲烷混合溶剂为淋洗剂, 硅胶 G 层析板点板, 紫外指示仪为检测设备, 对淋洗产物进行跟踪, 从中收集所需的组分。

收集组分合并和蒸发后, 得到的产物经光谱和元素分析表征, 其结果与常规柱分离得到的产物相

表 1 常规实验和微型实验的相关数据比较

实验方法	柱径 (mm)	淋洗剂 (mL)	样品量 (mg)	收集组分 (mL)
常规实验	10~50	100~1000	40~1000	5~50
微型实验	5	50	20	2

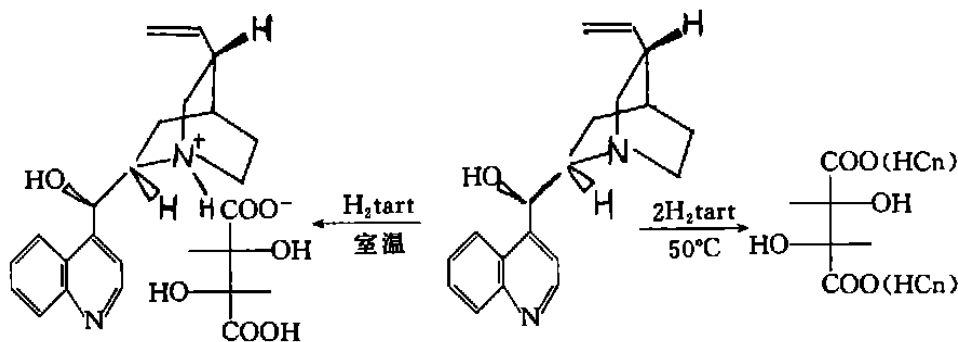


图 1 从辛可宁制备酒石酸辛可宁季铵盐

符, 达到了预期的目的. 由此表明, 利用微型柱色谱, 同样可以分离得到纯净的产物. 表 1 列出微型实验与常规实验的相关数据比较.

2 结果讨论

由于目前测试技术水平的提高, 样品需求量逐步减少. 作为一般的分离, 合成产物的数量与后续测试样品的需用量相对应, 有可能减少合成样品的数量. 因此, 利用微型柱色谱, 既满足实验所要获取化学信息的要求, 又降低原料和试剂的用量, 从经济和环保两方面都具有实用价值.

参 考 文 献

- 1 Noyori R. *Asymmetric catalysis in organic synthesis*. New York: John Wiley & Sons Inc, 1994
- 2 Baker A, Blaser H U. *Enantioselective catalysts and reactions in Handbook of Heterogeneous Catalysis*. Ed Ertl G, Knozinger H, Veitkamp J. 1997, Vol 5 2 422- 2 436
- 3 周宁怀. *微型化学实验*. 杭州: 浙江科学技术出版社, 1992

PREPARATION OF QUATERNARY CINCHONINE TARTRATE SALTS BY MICRO-COLUMN CHROMATOGRAPHY

ZHOU Zhao-hui¹ JIANG Ya-qí¹ WANG Yu¹ ZHANG Hui¹ YAN Wen-bin²

(1 Department of Chemistry, Xiamen University, Xiamen 361005 China)

2 Department of Chemistry, Jishou University, Jishou 416000 China)

Abstract Preparation of quaternary cinchonine tartrate salts by micro-column chromatography is described.

Key words microscale laboratory; chromatography; asymmetric catalysis; cinchonine; tartaric acid

(责任编辑 王龙杰)