

检查,必要时,要反复进行X线检查。胸部CT扫描对病灶密度、钙化、空洞性质及卫星灶等的显示比X线更为清晰<sup>[3]</sup>。应结合病史、结核菌素试验、痰结核菌检查等,全面分析。其中,痰结核菌检查是最重要的确诊方法。老年肺结核的特点是痰排菌率高,痰检阳性率高,本组痰检阳性率为66.7%;因此,对可疑肺结核患者,应反复多次痰检,每例不少于5次。必要时,可采用纤维支气管镜取肺活组织检查。诊断困难又不能排除肺结核时,可进行短期强力抗结核试验治疗,动态观察肺部X线改变,观察期限不宜超过2个月<sup>[4]</sup>。

参考文献:

[1] 王忠仁.老年肺结核病[J].中国实用内科杂志,1998,18(10):583-584.  
 [2] 杨玉.老年肺结核[J].中华结核和呼吸杂志,1996,19(4):199-201.  
 [3] 李强,张汝刚,陈利华,等.42例肺结核瘤临床分析[J].中华结核和呼吸杂志,1997,20(4):104-106.  
 [4] 罗慰慈主编.现代呼吸病学[M].北京:人民军医出版社,1997.548.

收稿日期:2000-12-21 修回日期:2001-06-15

本文编辑:李昕

## 对合成邻苯二甲酸二正辛酯方法改进的探讨

曹亚玲

(徐州医学院化学教研室 221004)

**摘要:**目的 减少合成邻苯二甲酸二正辛酯的环境污染,保护设备。方法 合成邻苯二甲酸二正辛酯时,改用磷钨酸作催化剂。结果 对影响化学转化和各种因素分析,确定了最佳反应条件,苯酐转化率超过95.2%。  
**结论** 应用磷钨酸替代硫酸作催化剂,可以减少对环境的污染和对设备的腐蚀。

**关键词:**磷钨酸;催化合成;邻苯二甲酸二正辛酯

**中图分类号:**0621.3 **文献标识码:**B **文章编号** 1000-2065(2001)06-0512-02

邻苯二甲酸二正辛酯(n-DOP),是一种优良的增塑剂,毒性低、稳定性及耐挥发性等均较好,因此具有广泛的应用。合成增塑剂DOP通常是以硫酸作催化剂<sup>[1]</sup>,其合成过程中存在着副产物多,产品质量差,以硫酸作催化剂不仅严重腐蚀设备,且存在环境污染等问题。因此我们用自制的磷钨酸为催化剂,对合成邻苯二甲酸二正辛酯的方法进行改进,以消除硫酸带来的影响。

### 1 实验过程

1.1 催化剂与试剂 按文献[2]制备,磷钨酸(H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>·9H<sub>2</sub>O)作催化剂。试剂:苯酐(AR)、正辛醇(CP)、苯(AR),分析用试剂均为分析纯。

1.2 酯化反应 将不同质量的催化剂(按醇酐不同物质的量之比)加入三颈瓶中,再依次加入相同物质的量的苯酐、不同物质的量的正辛醇及适量带水剂苯,装上分水器和回流冷凝器、温度计及搅拌装置,在不同温度下加热回流若干小时,反应中不断蒸出

水,反应完毕后减压蒸出苯及过量醇,冷却并加入0.5~1.0g活性炭,搅拌10min,过滤得产品。

1.3 产品分析 转化率以酸碱滴定法测定。酯含量用皂化法测定,操作方法按文献[3]进行。

### 2 结果

2.1 醇酐物质的量之比的影响 醇酐物质的量之比对酯化反应的转化率有影响。醇过量有利于反应平衡向产物方向移动,改善回流状况,使反应生成的水及时离开平衡体系,可提高转化率。但如果醇过量太多,不仅增大成本,也给后处理带来困难。固定催化剂为醇酐总重量的1.5%,反应时间2h,温度160℃,只改变醇酐比,实验结果如图1曲线a所示。结果表明,醇酐物质的量之比选择以2.5:1为好。

2.2 催化剂的影响 以实验确定的最佳醇酐物质的量之比,其他条件不变,只改变催化剂用量,实验结果如图1。由图1曲线b可见,随着催化剂的增加,转化率提高,并趋于平衡,当催化剂用量小于

作者简介:曹亚玲(1954—),女,江苏徐州人,讲师。

1%时,转化率不高;当催化剂大于1.5%时,转化率提高很少,综合考虑以1.5%为好。

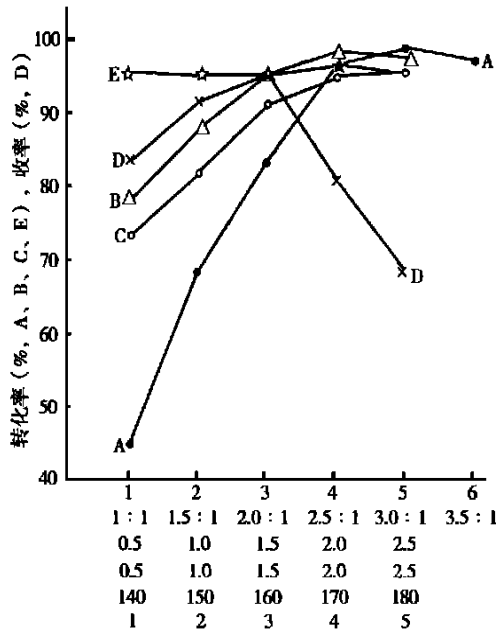


图1 反应条件对转化率及收率的影响

A 醇:酞/mol:mol B 催化剂用量/%  
C 反应时间/h D 温度对酯收率/%  
E 实验次数对转化率/%

2.3 反应时间及温度的影响 在其他条件不变的情况下,分别考察了反应时间对转化率、反应温度对n-DOP收率的影响,其结果见图1。由曲线c可以看出,反应初期,反应速度较快,转化率不断提高;但超过2.0 h后,再延长反应时间,转化率提高不明显,而

且时间超过2.5 h后,产品质量下降,色泽加深,故适宜的反应时间为2.0 h。而曲线d则表明,温度大于160℃后,酯收率显著下降。此外温度越高,产品色泽越深,因此上述反应温度可控制在160℃。

2.4 最佳条件的重复性 在以上实验的最优条件下,进行5次实验,结果见图1。由曲线e可见,实验的重复性好,选出的最佳条件是合理的。

### 3 结论

3.1 磷钨酸催化合成n-DOP的最佳合成条件 醇酞物质量之比为2.5:1,磷钨酸为醇酞总重量的1.5%,反应温度160℃,反应时间2 h,在此条件下,酯化反应的转化率可达95.2%以上。

3.2 磷钨酸催化合成n-DOP生产工艺简单,产品质量好,后处理不中和硫酸,从而简化了工序,减少了废水量,而且不腐蚀设备,不污染环境。

[感谢徐州师范大学化学系梁燕波副教授提供实验设备、试剂及技术理论指导。]

### 参考文献:

- [1] 张晋芳,陈铜,安晓芳,等.酯生产工艺中硫酸的后处理问题[J].精细石油化工,1996,13(1):21-23.
- [2] 胡玉才,叶兴凯,吴越.磷钨酸盐的制备和检验[J].离子交换与吸附,1995,11(10):58-67.
- [3] 上海轻工化工公司编.化工产品检验法[M].北京:工业出版社,1988.66-68.

收稿日期:2001-03-26 修回日期:2001-10-26

本文编辑:程春开

## 低分子肝素在血液透析滤过中的应用

王玲,张曙光

(徐州市第一人民医院肾内科,江苏徐州 221002)

**摘要:**目的 尽量减少肝素在透析滤过(HDF)应用中出现的并发症,降低其对凝血机制的影响。方法 在HDF中分别对2组病人使用低分子肝素和未分段肝素,测定凝血酶原时间(PT)、活化部分凝血活酶时间(APTT)、纤维蛋白原和血小板计数的变化。观察穿刺点压迫时间、粪便隐血、眼底出血、血尿、手术创面等变化。结果 未分段肝素对凝血因子影响远大于低分子肝素,统计学上有显著差异,临床指标低分子肝素优于未分段肝素。结论 低分子肝素在HDF中对凝血因子无明显影响,为低分子肝素在HDF中的应用提供了参考指标。

**关键词:**低分子肝素;未分段肝素;血液透析滤过

**中图分类号:**R457 **文献标识码:**B **文章编号:**1000-2065(2001)06-0513-03

尿毒症病人在血液净化治疗中应用肝素是体外循环抗凝的保证。普通肝素为未分段肝素(UFH),

作者简介:王玲(1966—),女,江苏盐城人,主治医师,在读硕士研究生。