

图2 甲醇配比与保留时间关系曲线  
1, 2,7-萘醌二磺酸钠, 2, 2,6-萘醌二磺酸钠。

参 考 文 献

- (1) C. Prand, T. Venturi, J. Chromatogr. Sci., 19, 308(1981).
- (2) P.Jandera, J. Churacek, B.Taraba, J. Chromatogr., 262, 121(1983).
- (3) R. Gloor, E. L. Johnson, J. Chromatogr. Sci., 15, 413(1977).
- (4) A.T. Hunter, J. Chromatogr., 319, 319(1985).
- (5) P. Jandera, J. Churacek, J. Chromatogr., 197, 181(1980).

(收稿日期: 1987年8月19日)

A Separation and Quantitative Determination of Anthraquinone Sulphonate by High Performance Liquid Chromatography Wu Huichang, Zhang Lei and

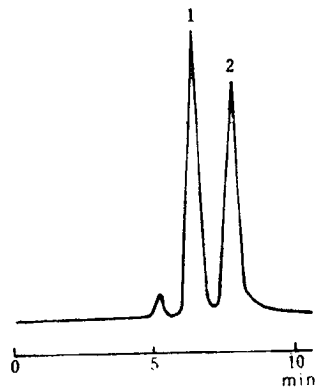


图3 萘醌磺酸盐的色谱图  
流动相: 甲醇:水=30:70(V/V),  
Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5g/100ml; 流速: 0.6ml/min.  
1, 2,6-萘醌二磺酸钠, 2, 2,7-萘醌二磺酸钠。

Gao Jianming Shanghai Institute of Chemical Technology

A separation and quantitative determination of anthraquinone sulphonates by HPLC has been developed. By using a 5µm ODS column(300x4mm i. d.) with methanol-water containing ion-pairing ions (an alkylammonium ion) or inorganic salt (sodium sulphate) as the mobile phase the retention behavior of anthraquinone sulphonate isomers was investigated. Satisfactory results for quantitative determination of 2,6-anthraquinone sulphonate were obtained in the selected conditions

## 高效液相色谱法测定家兔血浆中槐果碱浓度

李建平\* 韩吉华\*\* 李英衢

(第三军医大学药理教研室, 重庆)

槐果碱 (Sophocarpine, Sop) 系从豆科槐属植物苦豆子 (Sophora alopecuroides L.) 中提取出来的生物碱, 属于四环的喹诺里西啶类 (Quinolizidine) 生物碱。动物实验和临床应用表明, Sop 具有平喘(1)、抗肿瘤(2)及抗心律失常(3)等作用, 该药毒性低, 副作用小。本文采用高效液相色谱法 (HPLC) 测定家兔血浆中 Sop 的浓度, 方法灵敏, 结果准确, 重现性较好, 该方法已用于药代动力学的研究。

### 实验方法与结果

(一) 仪器与试剂 Perkin-Elmer 系列 3 液

相色谱仪(美)LC-65T 可变波长检测, 361型记录仪; Rheodyne 7105进样阀。

Sop标准品、Sop-HBr注射剂和片剂(上海南昌制药厂); 辛可尼丁(Cinchonidine, Cinch. 英 BDH); 甲醇 (A.R.), 无水乙醇 (A.R.), 氯仿 (A.R.), 三乙胺(A.R.加NaOH回流3小时后收集89℃馏分), 水为二次重蒸水。

### (二) 样品制备

1. 标准样品及内标贮备液 Sop 标准品及内标Cinch的贮备液均为500µg/ml无水乙醇溶液, 置

\* 现在空军郑州医院

\*\* 为化学教研室

4℃冰箱保存, 用时稀释。

2. 血浆样品预处理 于10ml 具塞离心管中加入50μg/ml Cinch乙醇液50μl, 氮气流下挥干溶剂; 加入兔血浆样品或含有Sop的标准血样0.5ml, 加重蒸水0.5ml, 混匀后加氯仿2.5ml, 密塞, 液体快速混合器上混匀90秒, 离心(3000转/分, 15分)分取有机相于另一试管, 40℃水浴中在氮气流下挥干溶剂, 残留物以100μl流动相溶解, 取10μl进样。

(三) 色谱条件 分析柱为 ODS-HC SIL-X-I, 0.26×25cm, 预柱为ODS-HC SIL-X-II, 0.26×7cm, 流动相为甲醇-水(100:15, 每100ml含三乙胺1μl); 流速1ml/min; 紫外检测器λ=215nm; 温度19-21℃; 记录仪量程10mV, 纸速30cm/h。本法测得 Sop 的最小检测量为5ng, 最低检测血液为 0.08μg/ml。血浆样品色谱图见图1。

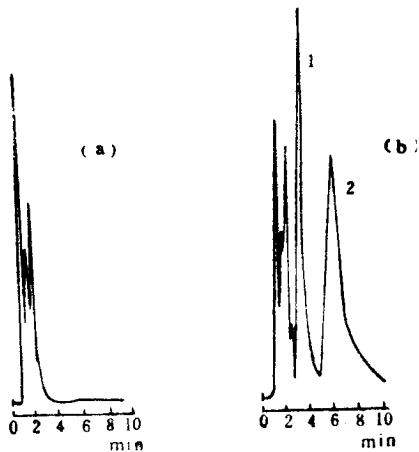


图1 空白血浆(a)与含槐果碱和辛可尼丁的标准血浆(b)的色谱图  
1. 槐果碱峰, 2. 辛可尼丁峰

(四) 标准曲线 以Cinch为内标物, 分别做Sop的标准曲线及血浆中Sop的标准曲线, 所得数据经回归处理, 其回归方程分别为  $H=0.01548C-0.02474$ , 相关系数  $r=0.998$ ;  $H=0.1613C-0.08731$ , 相关系数  $r=0.996$ 。

(五) 回收率试验和精密度试验 精密吸取不同浓度的Sop乙醇液(10, 20, 30, 40, 50μg/ml), 各100ml, 管中分别加入50μg/ml Cinch乙醇液50μl, 以下按“血浆样品预处理”项下操作, 进行色谱测定, 测得的Sop与Cinch的峰高比从Sop的标准曲线上求得含量, 并计算回收率, 结果见表1。血浆中槐果碱的平均回收率为99.34%。精密度试验所得变异系数(UV%)均小于5%。

表1 血浆中槐果碱的回收率

浓度(μg/ml)	2	4	6	8	10
回收率(%)	104.48	97.91	98.11	105.55	101.52
	105.71	88.74	103.02	102.37	102.58
	104.10	92.00	96.18	103.28	97.42
	98.02	89.61	96.84	102.19	93.53
	99.90	92.49	99.10	105.40	103.03
$\bar{X}(\%)$	102.44	92.15	98.65	103.84	99.62
S.D.	3.901	3.585	2.691	1.544	4.060
CV(%)	3.22	3.89	2.73	1.49	4.08

(六) 家兔经不同途径给药后血浆槐果碱浓度的测定 取健康家兔14只, 2.5±0.5kg, 雌雄兼有, 分为三组, 经由不同途径给药, 静注和肌注组分别给予Sop-HBr注射剂40mg/kg及80mg/kg, 灌胃组给药前禁食12小时, 给予Sop片剂100mg/kg。给药后不同时间由颈静脉取血, 分取血浆经预处理后进行色谱测定, 其血药浓度时间曲线见图2。

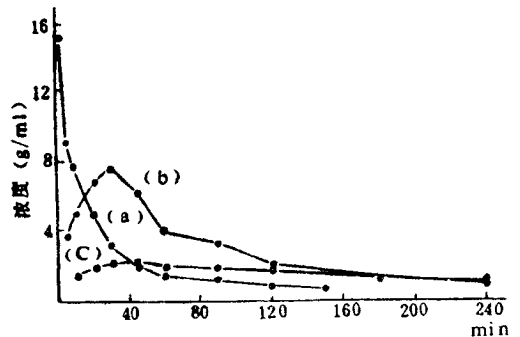


图2 家兔经不同途径给药后血药浓度-时间曲线  
(a)静注, (b)肌注, (c)灌胃。

### 讨 论

血样预处理是测定生物体内血药浓度的重要环节。本文采用液-液提取法进行血样预处理, 其血浆回收率为99.34%。根据Sop的理化性质, 参考文献(4)选择反相色谱系统进行分析测定, 分离效果好, 血浆提取物的色谱峰不干扰Sop的测定, 在本文研究的条件下, 未见有代谢产物峰出现。

有关Sop在兔体内的药代动力学实验结果将另文报道。

致谢: 本校中心仪器室陈兆珍同志协助色谱测定, 特此致谢。

### 参 考 文 献

(1) 李英衡等, 中国药理学报, 3(8), 169(1982)。

- (2) 李雪梅等, 中国药理学报, 5(2), 125 (1984).
  - (3) 赵子彦等, 中国药理学报, 4(3), 173 (1983)
  - (4) 崔建芳等, 药学报, 20(1), 59 (1985).
- (收稿日期: 1987年9月7日)

Determination of Sophocarpine Concentration in Rabbit Plasma by HPLC *Li Jianping, Han Jihua and Li Yinggu Dept. Pharmacology, Third Military Medical University, Chongqing*

A rapid sensitive and specific method is proposed for the determination of sophocarpine in rabbit plasma by using a reversed-phase HPLC column (0.26×25 cm, packed with ODS-HC SIL-

X-I), a pre-column (0.26×7cm, packed with ODS-HC SIL-X-II) and UV detector at 215nm. The mobile phase was methanol-water (100:15, containing 1μl triethylamine per 100ml) and the flow rate was 1.0 ml/min. Cinchonidine was used as an internal standard, and peak heights were used for quantitation. Sophocarpine was extracted from rabbit plasma by liquid-liquid extraction. The recovery of sophocarpine from plasma was 99.34%. The minimum detectable concentration was 0.08 μg/ml in plasma, and the CV values were all less than 5%.

## 聚氧烯醚的气相色谱分析

孙逊运 汪庆范 迟宗方 柳 均

(山东师范大学化学系, 济南)

聚氧乙烯氧丙烯甘油醚(简称 GPE)是一类重要的非离子型表面活性剂, 在抗菌素, 酿造, 纺织, 制糖, 造纸和汽轮机等方面有着广泛的用途。目前我国已大量生产和使用这类表面活性剂。在该类型表面活性剂的研究和生产中, 需要准确分析和严格控制聚氧乙烯链(亲水基)在聚合物中占的比例。因此, 建立一种简单可靠的分析聚醚中氧乙烯(简称EO)和氧丙烯(简称PO)含量的方法, 是势在必行的。

核磁共振法(1)可以用来确定EO/PO, 但仪器昂贵不适于生产控制分析。Mathias(2)等人曾报道过用气相色谱分析聚醚裂解产物的方法。但由于采用的是归一化法, 而裂解产物又非常复杂, 使得分析结果偏差很大, 不得不用标准聚醚进行校正。实际上标准聚醚又十分难得的, 而且此法求不出EO(或PO)的绝对含量。

本文采用效力极高的对甲苯磺酸-醋酸酐作为裂解剂, 以乙二醇为标准物制作校正曲线, 用外标法测定GPE中EO的含量。并且考查了裂解条件对分析结果的影响以及裂解产物的特性。

### 实验部分

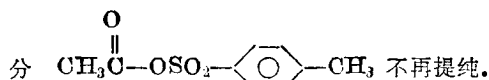
#### (一) 仪器与药品

仪器: Perkin-Elmer (R-32) 型 OW-NMR 谱仪, 工作频率 90MC, TMS 为内标; SP-501 型气相色谱仪, 热导检测器, φ3×2000mm 不锈钢柱, 15% DNP 涂在 60-80 目 6201 担体上。

药品: 对甲苯磺酸, 醋酸酐, 1,2-丙二醇、丙三醇以及所有溶剂均为 A.R 级, 乙二醇为优级纯, GPE 样品为本研究室合成品。

#### (二) 制备裂解剂

预先将对甲苯磺酸减压干燥 24 小时。按 3:2 的比例粗称干燥过的对甲苯磺酸和醋酸酐, 在圆底烧瓶中搅拌混合并加热。在 120℃ 下回流 30 分钟后停止加热。所得棕色反应产物即为裂解剂, 其主要成



#### (三) 制作校正曲线

准确称取不同量的乙二醇六份, 每份加入 20 倍量的上述裂解剂。在圆底烧瓶中边搅拌边加热, 在 120℃ 下回流 120 分钟。待反应产物冷到室温后, 用适量乙醚萃取三次, 将萃取液合并, 并用蒸馏水洗涤两次。然后把萃取液完全转移到 10ml 容量瓶中, 用乙醚稀释到刻度, 得六份不同浓度的标准液。

所用色谱条件为: 柱温 115℃, 汽化室温度 235℃, 检测器温度 235℃, 桥电流 190mA, 载气 (H<sub>2</sub>) 流量 80ml/min。在上述条件下测得各标准样的峰面积。以峰面积对乙二醇浓度作图, 即得通过原点的校正曲线(见图 1)。

#### (四) GPE 样品的裂解与分析

准确称取 GPE 样品 2g 左右, 严格按制作校正曲线的条件进行裂解酯化及 GC 分析。通过校正曲线求出样品中 EO 的含量。表 1 列出了自合成五个