

Capillary Chromatographic Analysis of Alkanes and Fatty Alcohols in the Secondary Unsaponifiable Head Fraction *Ying Yin Hong and Liu Pinyi, Dalian Oil and Fat Chemical Plant, 1990.*

The separation of alkanes and fatty alcohols in the secondary unsaponifiable head fraction was performed with a modified SP-2305 Chroma-

tograph under linear temperature programming. The column used was a 31m×0.25mm i. d. glass capillary column crosslinked methyl vinyl silicone gum. All alkanes and fatty alcohols were resolved and identified under the experimental conditions. Their quantitation correction factors were measured, Good reproducibility was obtained.

## 气相色谱法测定牙痛水中樟脑和丁香酚的含量

徐 本 明

(山东省药品检验所, 济南, 250012)

牙痛水临床用于龋齿所致的疼痛。内含樟脑和丁香油等<sup>[1]</sup>, 樟脑定量采用经典的重量法, 分析周期长达30多小时, 操作烦琐费时, 结果误差大。丁香油中的丁香酚无含量测定方法。为此, 作者建立了定量分析牙痛水中樟脑和丁香酚含量的气相色谱法, 方法简单快速, 结果准确。

### 实 验 部 分

(一) 仪器与试剂 岛津GC-9A型气相色谱仪, C-R2AX型数据处理机。樟脑和丁香酚系药用对照品; 牙痛水(市售品); 内标物溶液: 苯甲醇和3,5-二羟基甲苯的浓度分别为1.4mg/ml和3.0mg/ml的乙醇液。

(二) 色谱条件 2.1m×3.1mmID 玻璃柱, 内填充涂有2%OV-17的 Chromosorb W AW-DMCS 担体; 柱温 135℃ 和 165℃, 进样口温度 250℃; 氮气 40ml/min, 氢气 35ml/min, 空气 600ml/min; FID 检测器。峰面积校正因子: 樟脑 1.148 CV%=0.94%, 丁香酚 1.208, CV%=0.34%。

(三) 样品分析及结果 樟脑: 精确吸取样品液2.0ml, 置50ml量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀。精确量取2.0ml, 置10ml量瓶中, 加苯甲醇内标液 5.0ml, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀。取 1μl 进样, 结果见表 1, 色谱图见图 1。

丁香酚: 精确吸取样品液3.0ml, 置10ml量瓶中, 精确加入 3,5-二羟基甲苯内标液 5.0ml, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀。取 1μl 进样, 结果见表 1。色谱图见图 2。本法测得樟脑和丁香酚的平均回收率(n=5)分别为100.0%, CV%=0.98%和 100.5%,

表 1 样品分析结果

批 号	樟脑 (标示量%)		丁香酚 (mg/10ml)
	GC法	重量法	GC法
8.1031	124.6	99.75	12.65
8809.6	109.8	89.68	14.06

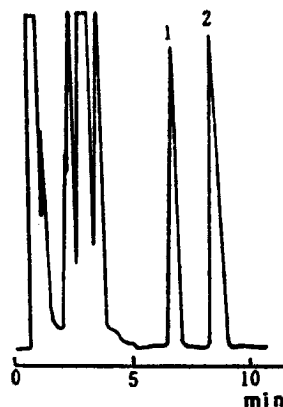


图 1 样品色谱图  
1. 内标物, 2. 樟脑。  
(柱温: 135℃)

图 2 样品色谱图  
1. 丁香酚, 2. 内标物。  
(柱温: 165℃)

CV=1.2%。

### 讨 论

GC 法测定樟脑比重量法节省时间近20小时, 且结果准确。作者曾用重量法测得樟脑回收率为 80%左右, 从表 1 也可以看出重量法比 GC 法所测结果偏低 20%左右。由于丁香酚含量甚小, 柱温要求高, 所以增加了取样量和柱温。本条件也适用于中药材丁香和丁香油中丁香酚的分析。

### 参 考 文 献

(1) 山东省卫生厅, 山东省药品标准, 303, 1986.

(收稿日期: 1989年3月29日)

Determination of Camphor and Eugenol Contained in Compound Liquid Preparation by Gas Chromatography  
*Xu Benning, Shandong Provincial Institute for Drug Control, Jinm, 250012*

This paper deals with the gas chromatographic determination of camphor and eugenol contained in compound liquid preparation. The mean recoveries and coefficients of variation are 100.0% and 0.93% for camphor, and 100.5% and 12% for eugenol, respectively. The method is simple and rapid.

## 用 高 效 液 相 色 谱 分 析 植 物 内 源 激 素 吲 哚 -3-乙 酸、脱 落 酸 和 玉 米 素

刘 贤 明 梁 锦 添 秦 绪 雄

(广西农学院, 南宁, 530045)

植物内源激素调节整个植物生长发育过程。为研究激素的分布、消长规律及代谢途径, 须将其从植物体内提取并作定性定量测定。近年来, 国内外学者曾用HPLC分别对吲哚-3-乙酸 (IAA)、脱落酸 (ABA) 和玉米素 (Zeatin) 进行测定研究, 但在同一条件从同一植物样中同时分离测定这三种激素的研究未见报道。经探索, 本文建立一种用同一条件同时测定这三种激素的简便快速方法。

滤液40℃蒸干丙酮, 水相用硅藻土过滤。滤液用等体积石油醚脱色一次。将水相调至pH3.0, 用乙酸乙酯萃取三次, 每次10ml, 收集酯相。水相调至pH8.0, 再用乙酸乙酯萃取三次, 每次10ml, 合并酯相, 40℃蒸干。用甲醇溶解定容至5ml, 在10000r离心10min。

### 实 验 部 分

(一) 仪器及色谱条件: Waters HPLC仪,  $\mu$ -Bondapak C<sub>1</sub>柱(300×3.9mm); 流动相MeOH:H<sub>2</sub>O(40:60含1% HAc); 流速1.5ml/min; 检测波长268nm(Zeatin), 280nm(IAA), 254nm(ABA)。用保留时间定性, 峰面积定量(见图1)。

(二) 样品制备 5克植物样品, 加67%丙酮60ml, 研磨匀浆, 4℃过夜。残渣用丙酮洗三次,

### 结 果 与 讨 论

(一) 标准曲线的线性 准确配制10<sup>-6</sup>g/ml的三种激素的混合标准液, 按本法将不同浓度的标准液作色谱分析。三种激素均呈良好的线性, 线性范围分别为Zeatin 10~50ng, IAA 10~200ng, ABA 20~200ng, 最小检测量为2ng。

(二) 回收率与重现性: 按前述方法进行回收率试验, 同时做5份平行样, 考察方法的重现性。回收率分别是  $X_{IAA}=98.98\pm 7.60\%$ ,  $X_{ABA}=75.58\pm 3.97\%$ ,  $X_{Zeatin}=73.92\pm 5.34\%$ ; 变异系数(CV%)分别为7.68、5.25和7.23 均符合微量分析要求。

(三) 测定结果 用本法对花前三天、一天、开花当天和花后一天、三天、七天、十四天、二十八天的沙田柚子房内源激素进行制样和测定, 结果与栽培试验规律完全吻合。

本法用67%丙酮代替80%甲醇, 渗透性强, 对溶出植物组织的内源激素极有利; 用价廉易得的硅藻土作吸附剂过滤, 代替DEAE纤维素、硅胶、氧化铝或葡聚糖凝胶等柱的过滤, 既经济省时, 又能满意地达到分离净化目的。

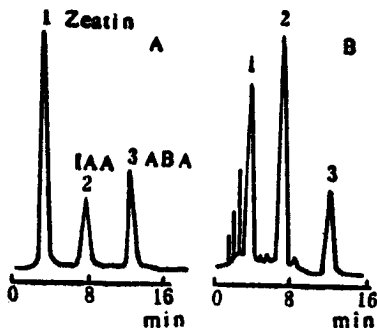


图 1 植物内源IAA, ABA, Zeatin HPLC 色谱图  
A: 标样, B: 植物样。