

### 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。

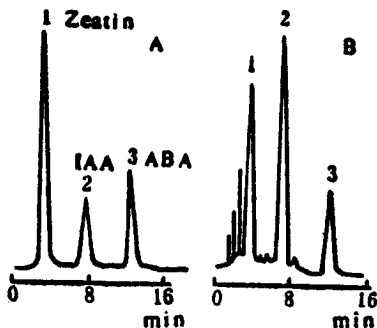


图 1 植物内源IAA, ABA, Zeatin HPLC 色谱图  
A: 标样, B: 植物样。

参 考 文 献

(1) J.M. Hardin, C. A. Sutte, J. Chromatogr., 268, 174 (1993).  
 (2) T. T. Lee et al., J. Chromatogr., 595, 340

(1985).  
 (3) 梁武元等, 园艺学报, (3), 45 (198).  
 (4) [英]J. R.希尔曼编, 王文宏等译, 《植物生长物质分离法》, 科学出版社, 北京, 1983.  
 (5) 丁 静等, 植物生理学通讯, (3) 21 (1979).  
 (收稿日期: 1999年3月5日)

# 离子色谱法测定金

朱 岩 陈经梧

(浙江省测试技术研究所, 杭州, 310012)

在电镀金和地质勘探过程中测定痕量金, 以往经常采用光谱法和电化学法。但近年来, 采用色谱法测定痕量的贵金属(1-3)已有报道, 我们在文献的基础上进行改进, 用阴离子交换分离金的络合物  $AuCl_4^-$ , 由玻璃电极安培检测, 对溶液中的金进行分离测定。

## 实 验 部 分

(一) 仪器 Dionex 4000i 离子色谱仪, 配以 Dionex 脉冲安培检测器(PAD), Dionex HPIC-AG4 阴离子色谱柱, 及 Houston Instrumental 双笔记录仪。

(二) 试剂 淋洗液和标准溶液均用分析纯试剂和二次去离子水配制, 金的标样用 500 $\mu$ g/ml 的 12% 的王水贮备液加水稀释而成。

(三) 色谱条件 淋洗液: 0.025mmol/L HClO<sub>4</sub>-0.015mmol/L NaClO<sub>4</sub>, 流量: 2.0ml/min; 检测器施加电势: 0.25V, 持续时间: 60ms; 进样体积: 50 $\mu$ l; 以峰高进行定量计算。

## 结 果 与 讨 论

(一) 淋洗液的组成  $AuCl_4^-$  在阴离子色谱柱内有很强的保留, 一般难以洗脱。因此, 采用短柱, 缩短了保留时间, 降低了成本, 也减少了系统压力。淋洗液采用高浓度的  $NaClO_4$ , 它具有洗脱能力强, 对电化学检测无反应的优点。我们对不同淋洗液下  $AuCl_4^-$  的峰高和保留时间进行测定发现, HCl 的浓度对保留时间影响不大, 但为了使 Au 全部处在  $AuCl_4^-$  的状态, 必须使 HCl 的含量保持一定。NaClO<sub>4</sub> 浓度愈大, 保留时间愈短, 为获得较好的分辨率, 选择了 0.15mol/L NaClO<sub>4</sub>-0.025

mol/L HCl 为洗脱液。

(二) 施加电势的选择 以上条件下, 发现施加电势在 0.2~0.3V 时, 灵敏度最高, 这里选择 0.25V。

(三) 样品成分对测定结果的影响 在 0~3 mol/L HCl 和 0~2mol/L HNO<sub>3</sub> 基体下, 对金的测定结果无影响。Al<sup>3+</sup>、Cu<sup>2+</sup>、Zn<sup>2+</sup>、Ni<sup>2+</sup>、Co<sup>2+</sup>、Mn<sup>2+</sup>、Ca<sup>2+</sup> 在色谱柱不保留且检测无响应, Pd<sup>2+</sup>、Pt<sup>2+</sup> 在色谱柱保留但检测无响应, 它们浓度为 1000 $\mu$ g/ml 时对 1 $\mu$ g/ml Au<sup>3+</sup> 测定无干扰; Fe<sup>3+</sup> 在该条件下能与 Au 分离, 允许浓度比为 250:1。

(四) 检测限、线性和重现性 该方法检测限为 0.2 $\mu$ g/ml (S/N=2), 线性关系为 0.5~2.5 $\mu$ g/ml (量程 500nA/V),  $Y=3.22X-0.000$ , R=0.9866 2.5~50 $\mu$ g/ml (量程 1000nA/V),  $Y=0.4093X-0.2848$ , R=0.9999。

这里 X 为浓度 ( $\mu$ g/ml), Y 为峰高 (cm)。

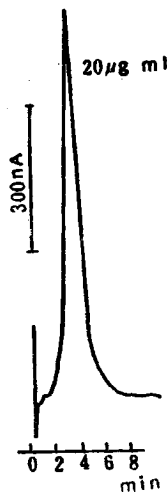


图 1 Au 的标准谱图