

研究簡報

用国产滤紙进行生物硷类毒物的
紙层析和灯芯法的探索^{* **}

蔡啓愷

(福建省龙岩专区第一医院)

应用紙层析进行生物硷类毒物的分离鑑別已有許多研究报导,但多数系用 Whatman No. I 滤紙作上渗法或下降法的层析,层析時間較长。蔣天珍氏^[1]等曾用国产滤紙进行生物硷类毒物的分离鑑別工作,得到一定的比移(Rf)值。

自 Rutter 氏^[2]应用 Brown 氏^[3]所創始的灯芯式圓型紙层析法于无机离子后,由于此装置較易,展开迅速,并具有較高的灵敏度和再演性,适宜于微量(μg)分析等諸优点。本文应用此法进行生物硷类毒物的分离工作并采用了国产“白雪”牌“国一号”定性滤紙(以下簡称“白雪”牌滤紙,撫順东捷造纸厂出品),按 Степанов 氏^[4]毒物分析系統进行生物硷类毒物的层析,以解决混合物及同系中毒物的分离問題。

實驗前的准备

1. 实验部分:取“白雪”牌滤紙裁剪成直径 13 厘米的圓片,仿照 Surak 氏^[5,6]的方法,在两旁点上已知对照离子,中部点上混合离子。

以上滤紙上点好試料后,将圓滤紙平放在小皿上,紙芯下端浸入展开溶剂中,然后立即盖大皿,展开溶剂,即自紙芯渗上經圓心漸漸散开,俟溶剂展开至近滤紙的边緣时取出,迅速划出溶剂前沿边緣,待干后显色并定出圓比移(R_{fc})值。

上述滤紙在点試料之前,用 5% 枸橼酸二氢鈉噴湿(每张噴 3 毫升左右),风干后点試料。点試料时,首先吸一定量的試料至毛細管的刻度(約 0.01 毫升),将毛細管輕輕的按在滤紙的原点上,点一点立即以电吹风吹干,边吹边点,直到所点之試料达到所要求的量为止。点料以少量多次为原則,絕對避免一次点料过多、点点过大,以致显色后色带有拖尾現象,影响层析結果。每次点試料点之直径要求不超过 1 毫米。所点之試料量一般为各离子析出限度之二至三倍量。

2. 装置:在一內径約为 15 厘米的培养皿中,置一內径約 7 厘米的小培养皿供盛展开溶剂,取一狭条滤紙(2 厘米闊)貼迭在大皿內壁溶剂,借皿壁的滤紙条上渗,溶剂蒸汽即

* 1958 年 10 月 25 日收到。

** 本試驗在秦芝玲先生指导下,在上海第一医学院藥学系生化教研組的老師和张同子同志协助下进行,有关展开溶剂亦由教研組提供,特此誌謝。

可飽和整個器皿,繼續放置过夜以備使用。

3. 毛細管的配制: 參考文獻[9]。

4. 展開溶劑的配制: (1)取正丁醇、冰醋酸、水,依 100:30:70 之比例加適量之水,振搖使之飽和,靜止过夜,取其上清液。(2)另取正醇、水、枸橼酸依 25:25:0.5 克之比依上法處理,亦取其上清液。

5. 試料之配制: 稱取一定量的試料于 10 毫升容量瓶中,用蒸餾水配成約 100 微克/0.01 毫升的濃度。士的年可用 0.1N 鹽酸 1 至 2 滴助溶。

6. 試液的配制: (1) 5% 枸橼酸二氫鈉溶液: 取 5 毫克枸橼酸鈉 $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ 及 7.147 毫克枸橼酸 $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ 加水至 218 毫升即得。(2) 顯色劑^[10,11], 液 A: 取 0.85 毫克次硝酸鉍溶于 10 毫升冰醋酸及 40 毫升水中。液 B: 取 8 毫克碘化鉀溶于 20 毫升水中。A, B 兩液分別貯存。顯色時取 A 液 5 毫升加冰醋酸 20 毫升加水 40 毫升再加 B 液 5 毫升即得(成棕紅色澄清液)。

圓比移 (Rfc) 值依文獻[5]法計算。

實驗結果与数据

1. 用燈芯法(採用 Surak 氏^[5]法)進行生物礮類毒物的分離實驗,與此同時將“白雪”牌濾紙和 Whatman No. I 濾紙作了比較結果列入下表。

濾紙的事先處理	“白雪”牌“國一號”定性濾紙			Whatman NO. I 濾紙		
	以 5% 枸橼酸二氫鈉噴濕			同 左		
展 開 溶 劑	正丁醇:冰醋酸:水(100:30:70)			同 左		
展 開 溫 度	30 ± 1 °C			同 左		
展 開 所 費 時 間	2—3½ 小時			2—4 小時		
Rfc 值	實驗結果	平均值	結 論	實驗結果	平均值	結 論
士 的 年 馬 錢 子 礮	0.55—0.61	0.58	可 分 離	0.65—0.67	0.66	可 分 離
	0.65—0.72	0.69		0.73—0.74	0.74	
可 卡 因 阿 託 品	0.82—0.85	0.84	可 分 離	0.85—0.87	0.86	可 分 離
	0.77—0.82	0.79		0.82—0.89	0.85	
那 可 汀 罌 粟 礮	0.85—0.87	0.86	不 能 分 離	0.87—0.91	0.89	不 能 分 離
	0.86—0.89	0.88		0.89—0.93	0.91	
奎 寧 尼 可 汀	0.82—0.87	0.85	可 分 離	0.84—0.86	0.85	可 分 離
	0.35—0.39	0.37		0.44—0.47	0.46	
嗎 啡 可 待 因	0.47—0.54	0.50	可 分 離	0.54—0.58	0.56	可 分 離
	0.51—0.57	0.54		0.57—0.60	0.59	

2. 將三種燈芯圓型紙層析法^[5,7,8]作了比較,認為 Surak 氏^[5]法和 Rao 氏^[7]法所得之結果較滿意。

3. 展开溶剂采用正丁醇、冰醋酸、水饱和液。分层后的上清液展开迅速，且溶剂边缘清晰；采用振摇后尚未分层之水混合饱和液溶剂展开慢，且溶剂边缘往往不大清楚，以致实验遭到失败。采用正丁醇、水、枸橼酸以 25:25:0.5 克比例作展开溶剂亦得同样结果。

4. 本试验曾用正丁醇、水、枸橼酸依 25:25:0.5 毫克之混合液作展开溶剂，进行生物硷类毒物的分离工作，结果仅能分离奎宁、尼可汀、吗啡、可待因、士的年、马钱子硷六种生物硷类毒物。改用正丁醇、冰醋酸、水依 100:30:70 作展开溶剂者除可分离以上六种生物硷类毒物外，尚可分离阿托品、可卡因。在十种常见生物硷类毒物中，仅有罂粟硷、那可汀组不能分离。

讨 论

1. 从以上实验结果得出：生物硷类毒物可以应用灯蕊法纸层析分离检出。此法较上渗法或下降法简易，且展开迅速，可以达到快速分离之目的。

2. 以上十种生物硷类毒物的圆比移 (R_fc) 值的再演性虽有参差，但用已知对照同时展开可导各别检出。大多数生物硷类毒物的圆比移 (R_fc) 值皆相距相当间隔，显色后斑点均完整无拖尾现象。显色后的色带清晰可辨，其中仅有罂粟硷与那可汀组不能完全分离。实验证明国产“白雪”牌“国一号”定性滤纸与 Whatman No. I 滤纸比较并无任何逊色。可以广泛采用以应实际工作中的需要。

3. 关于离子检出限度之比较有待进一步试验。

摘 要

本文采用灯蕊法纸层析，以正丁醇、冰醋酸、水以 100:30:70 作展开溶剂，进行生物硷类毒物的分离鉴别工作，得到初步结果，并用“白雪”牌“国一号”定性滤纸与 Whatman No. I 滤纸作了比较，证明国产滤纸可以代替 Whatman No. I 滤纸，并得到满意的结果。灯蕊法分离生物硷类毒物所需之时间远比上渗法或下降法短，且可得到同样结果。在与对照同时展开时可以分别检出未知生物硷类毒物。

参 考 文 献

- [1] 蒋天珍等，上海第一医学院药系法化教研组，未发表。
- [2] Rutter, L.: Nature 1948, 161, 435.
- [3] Brown, W. G.: Nature 1939, 143, 377.
- [4] Степанов, А. В.: Судебная Химия (1951).
- [5] Surak, John G., martinovich, Robert: J. Chemical Education 1955, 32, 193-198.
- [6] 绪方章、野崎泰彦：化学实验操作法，1957年续编 I。1版 156页，南江堂。
- [7] Rao, P.S. and Dickey, E. E.: Science. 1953, 117, 666.
- [8] Giri K.V. & Rao N. A. N.: Nature 1952, 169, 932.
- [9] Brimley and Barrett: Practical Chromatography. 1954, P. 37.
- [10] 俞永祥：药学报，1957, 5, 253.
- [11] Никонов, Г. К.: Аптечное дело 1957, 2, 64-67.
- [12] Gore, D.N. et al.: J. Pharm. & Pharmacol. 1952, 4, 803-810.

CIRCULAR CHROMATOGRAPHIC SEPARATION OF ALKALOIDAL POISONS BY MEANS OF DOMESTIC FILTER PAPERS

TSAI CHI-KAI

(Pharmaceutical Department, The First Hospital, Lung-Yen District, Fu-Kien.)

ABSTRACT

Eight common alkaloidal poisons: Strychnine-Brucine; Cocaine-Atropine; Quinine-Nicotine; & Morphine-Codeine have been separated satisfactorily from each other by circular chromatographic method using domestic filter paper. The method is rather simple and rapid and the separation is as effective as that obtained with Whatman No. 1 filter paper. The paper is treated with 5% Sodium dihydrogen citrate, using *n*-butanol, glacial acetic acid and water (100:30:70) as the developing solvents. The average R_{fc} values are shown in the following figures:

Strychnine 0.58	Quinine 0.85
Brucine 0.69	Nicotine 0.37
Cocaine 0.84	Morphine 0.50
Atropine 0.79	Codeine 0.54

更 正

本报 8 卷 2 期 142 頁表 3 內末栏最后一行之数字“6.0”为“8.0”之誤,又 143 頁天头字行內之徐礼“桑”系徐礼燊之誤,特此更正.