

时, MIPMs 柱就失去了对模板分子的选择性吸附和识别的性能。

2.6 选择性能的研究: 利用结构类似物茶碱进行对照来分析讨论 MIPMs 柱的选择性能。在 pH 4.5 的缓冲溶液流动相中分离结构类似物的图谱。在相同的条件下在空白柱上两物质达不到很好的分离, 表明该聚合物对模板分子有非常强的选择吸附性能。

2.7 茶叶中咖啡因的分离: 室温下取 5 g 茶叶浸泡在 200 mL 水 (25 °C) 中, 2 h 后取 2 mL 溶液放入 25 mL 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 0.45 μm 滤膜滤过, 注入 2 mL 样品瓶中, 用 MIPMs 柱进行 HPLC 色谱分离, 见图 3。可见在 pH 值为 4.5 时, 咖啡因达到了很好的分离富集。

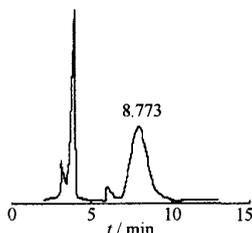


图3 茶叶中咖啡因的分离谱图
Fig. 3 Separation chromatography of caffeine in tea

3 结论

在水介质中以聚乙烯醇为分散剂、用咖啡因因为

模板分子合成 MIPMs, 咖啡因与功能单体主要以离子键力相互作用, 它对咖啡因有很强的特异选择识别功能。这种操作过程简单, 便于推广分子印迹技术的应用。对于在天然物中质量分数低、药效高的成分的鉴定分析和分离纯化提供了方法借鉴。但是此 MIPMs 的特异选择性能有待提高。

References:

- [1] Theodridis G, Manesiotis P. Selective solid-phase extraction sorbent for caffeine made by molecular imprinting [J]. *Chromatography A*, 2002, 948: 163-169.
- [2] Kugimiya A, kuwada Y, Takeuchi T. Preparation of sterol-imprinted polymers with the use of 2-(methacryloyloxy) ethyl phosphate [J]. *Chromatography A*, 2001, 938: 131-135.
- [3] Haginaka J, Takekura H, Hosoya K. Molecularly imprinted uniform-sized polymer-based stationary phase for naproxen: comparison of molecular recognition ability of the molecularly imprinted polymers prepared by thermal and redox polymerization techniques [J]. *Chromatography A*, 1998, 816: 113-121.
- [4] Walshe M, Hauarth J. The preparation of a molecular imprinted polymer to 7-hydroxycoumarin and its use as a solid-phase extraction material [J]. *Pharm Biomed Anal*, 1997, 16: 319-325.
- [5] Cheng G X, Zhang L Y, Fu C. Molecule selecting property of cimetidine imprinted polymeric microspheres via suspension [J]. *Chin J Chromatogr (色谱)*, 2002, 20 (2): 102-107.

岗松油的气相色谱指纹图谱研究

刘布鸣, 赖茂祥, 梁凯妮, 林霄, 严克俭

(广西中医药研究所, 广西南宁 530022)

摘要:目的 建立岗松油化学成分指纹图谱的研究方法, 以鉴别岗松油的质量。方法 采用气相色谱法测定, 对不同产地和采收期的岗松油的指纹图谱进行研究。结果 建立了岗松油指纹图谱, 确定 12 个色谱峰为共有峰。结论 不同产地和采收期岗松油的指纹图谱稳定性好, 相似性高, 具有特征性和唯一性, 利用岗松油指纹图谱可以对岗松油的质量进行控制。

关键词: 岗松油; 气相色谱; 指纹图谱

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2005)05-0695-05

Study on GC chromatographic fingerprint of *Baechea frutescens* essential oil

LIU Bu-ming, LAI Mao-xiang, LIANG Kai-ni, LIN Xiao, YAN Ke-jian

(Guangxi Institute of Traditional Medical and Pharmaceutical Sciences, Nanning 530022, China)

Key words: *Baechea frutescens* L. essential oil (BFEO); GC; chromatographic fingerprint

岗松油为桃金娘科岗松属植物岗松 *Baechea frutescens* L. 带有花果的枝叶经水蒸气蒸馏得到的挥发油, 为淡黄色至淡棕黄色的澄清液体, 气芳香, 具有特殊的香味。岗松主要分布于广西、广东、江西、

福建等地, 具有化痰止痛、清热解毒、利尿通淋、杀虫止痒之功效, 用于跌打瘀肿、肝硬化、热泻、热淋、小便不利、阴痒、脚气、皮肤瘙痒、疥癣、水火烫伤、虫蛇咬伤。岗松油作为广西地方习用中药材收载于《广西

中药材标准》，具有清热利湿、杀虫止痒之功效，用于皮肤湿疹、瘙痒、淋病、疥疮、滴虫性阴道炎、脚癣。此外岗松油还可作为香精香料使用。岗松油的主要化学成分为蒎烯、1,8-桉叶素、芳樟醇、石竹烯、律草烯等^[1-3]。本实验在对不同产地和不同采集期样品主要化学成分比较分析的基础上，采用 GC 法对其指纹图谱进行了研究，从而为岗松油的质量标准研究及其质量控制提供科学依据。

1 仪器与试剂

日本岛津 GC-14B 型气相色谱仪，FID 检测器，威马龙色谱工作站。芳樟醇对照品(批号 1503-200001)由中国药品生物制品检定所提供。试剂均为分析纯。

岗松采自隆安、灵山、钦州、合浦、廉江、博白、陆川、北流、兴业、贵港、玉林，经广西中医药研究所中药研究室赖茂祥副研究员鉴定，将岗松枝叶按《中华人民共和国药典》2000 年版一部挥发油测定甲法经水蒸气蒸馏提取、收集而得岗松油，其中 11 个为不同产地，12 个为同一产地(灵山)不同采集期。另 2 个市售商品购自南宁、玉林药市，共 25 批样品。

2 条件与指纹图谱的建立

2.1 色谱条件: Shimadzu OV-101 石英毛细管色谱柱(25 m × 0.25 mm); 柱温升温程序: 80 °C (5 min) → 1 °C/min → 90 °C → 10 °C/min → 200 °C (5 min)。进样口温度 250 °C，氢焰离子化检测器(FID)温度 250 °C; 载气为高纯度氦气，柱前压 50 kPa; 分流比 100 : 1，空气 50 kPa，氢气 60 kPa; 进样量 1 μL; 峰面积以归一化法计算各主要成分的质量分数。记录 60 min 色谱图，30 min 以后没有出峰，提示 30 min 内岗松油成分出峰完全。

2.2 各峰位的确立及指纹图谱的建立: 岗松油气相色谱可分离出 50 多个成分，利用 GC-MS 联用仪并采用对照品色谱保留值对照，鉴定其主要成分^[3]。按上述测定条件记录各批岗松油样品的气相色谱图，从中选取了 12 个共有峰作为可以构成指纹图谱的稳定的特征峰，确认的成分为: 1 号峰，α-侧柏烯(α-thujene); 2 号峰，α-蒎烯(α-pinene); 3 号峰，β-蒎烯(β-pinene); 4 号峰，聚伞花素(cymene); 5 号峰，1,8-桉叶素(1,8 cineole); 6 号峰，萜烯(careen); 7 号峰，α-松油烯(α-terpinene); 8 号峰，芳樟醇(linalool); 9 号峰，松油醇-4(terpineol-4); 10 号峰，α-松油醇(α-terpineol); 11 号峰，石竹烯(caryophyllene); 12 号峰，葎草烯(humulene)，比较各批样品的色谱图，这 12 个色谱峰是共有的，确定

为共有指纹特征峰(图 1)，共有指纹峰的峰面积占总峰面积的 90% 以上。岗松油中芳樟醇为主要成分之一，从指纹图谱中可以得出芳樟醇的色谱峰分离较好，峰位居中，峰面积所占的比例较大且相对稳定，因此选择芳樟醇为参照物，确定芳樟醇峰(8 号峰)为内参照峰。以芳樟醇色谱峰(S 峰)的保留时间和峰面积积分值为 1，计算各共有峰的相对保留时间、相对峰面积，共有指纹峰特征参数和质量分数见表 1。

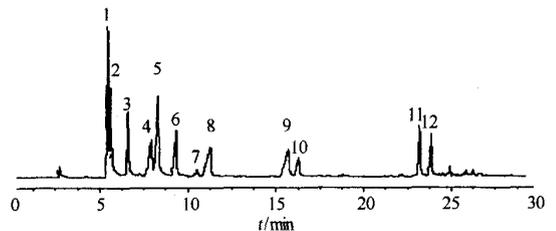


图 1 岗松油共有峰指纹图谱

Fig. 1 Fingerprint of common peaks of *B. frutescens* essential oil (BFEO)

表 1 25 批岗松油中 12 个共有峰指纹峰的特征
Table 1 Characteristic of 12 common peaks fingerprint of 25 batches of BFEO

峰号	化学成分	相对保留时间	质量分数/%	相对峰面积
1	α-侧柏烯	0.486 ± 0.006	19.86 ± 8.34	2.773 ± 1.320
2	α-蒎烯	0.505 ± 0.005	7.20 ± 3.28	1.001 ± 0.467
3	β-蒎烯	0.586 ± 0.007	7.55 ± 4.64	1.036 ± 0.619
4	聚伞花素	0.700 ± 0.002	6.66 ± 1.67	1.324 ± 1.931
5	1,8-桉叶素	0.738 ± 0.04	12.33 ± 2.84	1.652 ± 0.292
6	萜烯	0.828 ± 0.006	7.51 ± 1.96	1.043 ± 0.345
7	α-松油烯	0.934 ± 0.005	1.00 ± 0.28	0.138 ± 0.046
8	芳樟醇	1.000 ± 0.000	7.41 ± 1.23	1.000 ± 0.000
9	松油醇-4	1.388 ± 0.008	6.83 ± 1.18	0.951 ± 0.244
10	α-松油醇	1.439 ± 0.012	2.96 ± 0.75	0.409 ± 0.131
11	石竹烯	2.052 ± 0.032	7.88 ± 2.00	1.112 ± 0.490
12	葎草烯	2.110 ± 0.034	7.04 ± 2.51	1.026 ± 0.576

2.3 方法学考察

2.3.1 精密度的试验: 取批号为 0202 的岗松油样品，连续进样 5 次，检测指纹图谱，记录各共有峰的保留时间和峰面积。以芳樟醇色谱峰的保留时间和峰积分为参照，计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积，结果显示，各共有峰的相对保留时间和相对峰面积没有明显的变化，RSD 均小于 3%。

2.3.2 重现性的试验: 取灵山 2 月份采集的岗松 5 份，分别提取挥发油样品，检测指纹图谱，记录各共有峰的保留时间和峰面积。以芳樟醇色谱峰的保留时间和峰积分为参照，计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积，结果显示，各共有峰的相对保留时间和相对峰面积没有明显的变化，RSD 均小于 3%。

2.3.3 稳定性的试验: 取批号为 0202 的岗松油样品，

分别于 0、1、3、6、24 h 进样,检测指纹图谱,记录各共有峰的保留时间和峰面积。以芳樟醇色谱峰的保留时间和峰积面积为参照,计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积,并测定 12 个共有峰的质量分数。12 个指标成分的相对保留时间 RSD 均小于 3%;相对峰面积比值的 RSD 除石竹烯、萹草烯外,均小于 5%;质量分数 RSD 除 α -松油烯、 α -松油醇、石竹烯、萹草烯外,均小于 5%。结果表明岗松油样品的相对稳定性、相似性良好。

2.4 不同产地和来源样品的指纹图谱比较:分别取不同产地和来源的岗松油样品,检测指纹图谱,记录各共有峰的保留时间和峰面积。以芳樟醇色谱峰的保留时间和峰积面积为参照,计算各共有峰的相

对保留时间和相对峰面积。结果显示,各批号的岗松油 12 个共有指纹峰的相对保留时间、相对峰面积比值、共有峰面积所占总峰的面积比值、重叠率和相似度较好,结果见表 2 和 3。

2.5 同一产地不同采集期样品的指纹图谱比较:分别取同一产地(灵山)不同采集期(12 个月)的岗松油样品,检测指纹图谱,记录各共有峰的保留时间和峰面积。以芳樟醇色谱峰的保留时间和峰积面积为参照,计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积。结果显示,各批号的岗松油 12 个共有指纹峰的相对保留时间、相对峰面积比值、共有峰面积所占总峰面积比值、重叠率和相似度较好,结果见表 4 和 5。

表 2 不同产地和来源岗松油共有峰相对保留时间的比较

Table 2 Comparison of relative retention time of the common peaks of BFEO at different places and collective gather time

样 品	共有峰相对保留时间											
	峰 1	峰 2	峰 3	峰 4	峰 5	峰 6	峰 7	峰 8	峰 9	峰 10	峰 11	峰 12
隆安	0.48	0.50	0.59	0.69	0.74	0.82	0.93	1	1.39	1.45	2.09	2.15
灵山	0.49	0.50	0.58	0.70	0.73	0.82	0.93	1	1.40	1.44	2.08	2.14
钦州	0.48	0.50	0.59	0.70	0.73	0.82	0.93	1	1.38	1.44	2.04	2.10
合浦	0.49	0.51	0.59	0.70	0.73	0.83	0.94	1	1.39	1.43	2.03	2.09
廉江	0.49	0.51	0.58	0.70	0.74	0.83	0.93	1	1.38	1.43	2.03	2.08
博白	0.49	0.51	0.57	0.70	0.73	0.84	0.94	1	1.37	1.44	2.08	2.11
陆川	0.49	0.50	0.60	0.70	0.74	0.83	0.93	1	1.38	1.43	2.02	2.07
北流	0.49	0.51	0.59	0.70	0.74	0.83	0.93	1	1.38	1.43	2.01	2.06
兴业	0.49	0.51	0.58	0.70	0.73	0.83	0.93	1	1.39	1.44	2.03	2.08
贵港	0.49	0.51	0.58	0.70	0.74	0.83	0.94	1	1.40	1.44	2.04	2.09
玉林	0.49	0.51	0.59	0.70	0.74	0.83	0.94	1	1.39	1.43	2.03	2.09
市售 1	0.48	0.50	0.58	0.70	0.73	0.82	0.92	1	1.39	1.44	2.08	2.14
市售 2	0.49	0.50	0.59	0.71	0.73	0.82	0.92	1	1.39	1.44	2.07	2.13
均值	0.49	0.51	0.59	0.70	0.73	0.83	0.93	1	1.39	1.44	2.05	2.10
RSD/%	0.90	1.03	1.33	0.58	0.71	0.76	0.74	0	0.62	0.44	1.33	1.39

表 3 不同产地和来源岗松油共有峰相对峰面积比值的比较

Table 3 Comparison of relative peak area of the common peaks of BFEO at different places and collective gather time

样 品	共有峰相对峰面积比值											
	峰 1	峰 2	峰 3	峰 4	峰 5	峰 6	峰 7	峰 8	峰 9	峰 10	峰 11	峰 12
隆安	1.162	1.105	1.190	0.456	2.263	0.711	0.082	1	0.523	0.474	1.182	0.975
灵山	1.644	1.123	1.145	0.918	1.685	0.608	0.081	1	0.745	0.359	1.035	1.024
钦州	1.049	1.272	2.067	0.610	1.350	0.730	0.145	1	0.787	0.583	0.958	0.827
合浦	2.934	1.114	0.644	1.246	1.296	1.487	0.196	1	1.342	0.359	1.142	1.018
廉江	3.070	0.170	0.062	0.982	1.647	1.169	0.154	1	0.880	0.290	0.640	0.503
博白	6.467	0.336	0.204	1.716	1.351	1.915	0.254	1	1.319	0.211	0.769	0.604
陆川	1.923	1.471	2.104	0.756	1.654	0.805	0.135	1	0.742	0.442	0.701	0.500
北流	2.869	1.253	1.184	0.992	1.949	1.078	0.157	1	0.956	0.456	1.238	1.093
兴业	4.541	0.247	0.384	1.141	1.280	1.382	0.202	1	1.164	0.289	0.813	0.774
贵港	4.123	0.284	0.805	0.204	1.546	1.348	0.171	1	1.160	0.380	1.135	1.080
玉林	4.177	1.596	1.275	1.089	2.095	1.449	0.168	1	0.963	0.416	1.227	1.013
市售 1	1.345	1.023	0.907	0.929	1.410	0.556	0.072	1	0.603	0.202	1.265	1.231
市售 1	1.363	0.978	0.917	0.915	1.396	0.545	0.070	1	0.610	0.215	0.881	0.714
均值	2.821	0.921	0.991	0.920	1.609	1.060	0.145	1	0.907	0.360	0.999	0.874
RSD/%	58.12	53.22	62.43	42.66	19.79	41.14	38.91	0	30.04	32.14	21.90	27.23

表 4 同一产地不同采集期岗松油共有峰相对保留时间的比较
Table 4 Comparison of relative retention time of the common peaks of BFEO at different collective gather time in the same place

样品	共有峰相对保留时间											
	峰 1	峰 2	峰 3	峰 4	峰 5	峰 6	峰 7	峰 8	峰 9	峰 10	峰 11	峰 12
1 月	0.49	0.51	0.59	0.70	0.74	0.83	0.94	1	1.39	1.45	2.08	2.13
2 月	0.48	0.50	0.59	0.70	0.74	0.82	0.93	1	1.39	1.45	2.10	2.16
3 月	0.48	0.50	0.59	0.69	0.73	0.82	0.93	1	1.40	1.46	2.10	2.16
4 月	0.49	0.51	0.59	0.70	0.74	0.83	0.93	1	1.38	1.43	2.02	2.08
5 月	0.49	0.51	0.59	0.70	0.73	0.83	0.93	1	1.37	1.42	2.01	2.07
6 月	0.49	0.51	0.59	0.70	0.74	0.82	0.93	1	1.38	1.43	2.08	2.16
7 月	0.49	0.51	0.59	0.70	0.74	0.83	0.93	1	1.38	1.43	2.02	2.08
8 月	0.48	0.50	0.58	0.69	0.73	0.82	0.92	1	1.37	1.43	1.99	2.05
9 月	0.49	0.51	0.59	0.70	0.74	0.83	0.94	1	1.38	1.42	1.99	2.06
10 月	0.49	0.50	0.58	0.70	0.74	0.83	0.93	1	1.37	1.42	1.99	2.05
11 月	0.48	0.50	0.58	0.70	0.73	0.82	0.93	1	1.39	1.44	2.08	2.19
12 月	0.48	0.50	0.58	0.70	0.73	0.82	0.93	1	1.39	1.43	2.06	2.11
均值	0.49	0.51	0.59	0.70	0.74	0.83	0.93	1	1.38	1.43	2.04	2.11
RSD/%	1.06	1.03	0.84	0.56	0.70	0.63	0.55	0	0.70	0.91	2.16	2.37

表 5 同一产地不同采集期岗松油共有峰相对峰面积比值的比较

Table 5 Comparison of relative peak area of the common peaks of BFEO at different collective gather time in the same place

样品	共有峰相对峰面积比值											
	峰 1	峰 2	峰 3	峰 4	峰 5	峰 6	峰 7	峰 8	峰 9	峰 10	峰 11	峰 12
1 月	2.406	1.021	0.626	0.884	1.856	0.809	0.141	1	0.886	0.373	1.250	1.131
2 月	1.693	1.127	1.074	0.758	1.900	0.766	0.086	1	0.710	0.355	0.783	0.765
3 月	1.270	1.161	1.315	0.714	1.525	0.865	0.110	1	0.845	0.437	1.107	1.009
4 月	3.180	1.295	1.351	0.828	1.457	1.066	0.143	1	0.872	0.343	0.725	0.622
5 月	2.365	1.256	1.605	0.562	1.344	0.953	0.120	1	0.839	0.409	0.820	0.720
6 月	2.368	1.102	1.351	0.754	1.506	0.732	0.109	1	0.746	0.452	1.915	1.345
7 月	2.058	1.202	1.355	0.796	1.502	0.958	0.148	1	0.896	0.477	0.852	0.721
8 月	1.530	0.819	0.797	0.690	1.486	0.908	0.268	1	0.887	0.438	0.853	0.784
9 月	1.434	0.995	0.949	0.990	2.034	1.119	0.167	1	1.107	0.602	0.652	0.578
10 月	1.272	0.793	0.600	0.821	1.600	0.948	0.115	1	1.613	0.385	0.667	0.605
11 月	1.644	1.123	1.145	0.918	1.685	0.608	0.081	1	0.745	0.374	1.035	1.024
12 月	2.885	0.293	0.430	0.852	1.294	0.704	0.091	1	0.720	0.264	0.689	0.368
均值	2.099	1.016	1.050	0.797	1.599	0.870	0.132	1	0.906	0.409	0.946	0.806
RSD/%	31.62	27.11	35.21	14.20	14.21	17.42	38.36	0	27.36	20.42	37.78	33.87

3 讨论

本研究建立的分析方法,GC 色谱条件的仪器精密性及岗松油样品稳定性均良好,不同产地和采收期的岗松油主要成分基本相同,分别为 α -侧柏烯、 α -蒎烯、 β -蒎烯、聚伞花素、1,8-桉叶素、萹烯、 α -松油烯、芳樟醇、松油醇-4、 α -松油醇、石竹烯、葑草烯,是 12 个共有指纹峰,共有峰的相对保留时间 RSD 均小于 3%,表明其在 GC 色谱的相对位置稳定,可作为定性鉴别的指标参数,质量分数有部分成分存在差异,似提示该部分成分的稳定性稍差些,虽然有差别,但均为共有构成特征,故将这 12 个峰作为指纹图谱的特征峰。所建立的指纹图谱相对保留时间重现性好,相似度较高,可以作为鉴别岗松油质量的指标之一。

岗松油的化学成分较复杂,组分多且质量分数

低,较大的组分如 α -侧柏烯、1,8-桉叶素等约 15%,均未超过 20%,次之组分约为 10%,故质量分数偏差较大,12 个指标成分是从 25 批岗松油样品中选出的质量分数较大的共有峰,12 个共有指纹峰占总峰面积的 90%以上,非共有峰总峰面积小于 10%,因此具有代表性。不同样品之间质量分数比值有差异,甚至某些组分差异较大,这对天然产物尤其是挥发油是很正常的,但其指纹图谱的整体面貌极其相似,根据质量分数选择确定各共有峰峰面积的比值^[4],则可用于岗松油的鉴别。试验中曾选择 1,8-桉叶素为内参照物,但其色谱分离效果不好,且出峰较早,因此选择另一主要成分芳樟醇,从指纹图谱中可以得出芳樟醇的色谱峰分离较好,峰位居中,峰面积所占的比例较大且相对稳定,故选择芳樟醇为参照物。本指纹图谱分析条件采用程序升温,同时也适用

于岗松油的主成分分析和确认。

References:

- [1] Ji X D, Zhao G L, Pu Q L, *et al.* Analysis of the essential oil from *Baeckea frutescens* L. by GC-MS [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1980, 15 (12): 766.
- [2] Shen M Y, He Z H, Liu H. Studies on chemical constituents of the essential oil from *Baeckea frutescens* L. [J]. *Guangxi*

Forest Sci Tech (广西林业科技), 1993, 22(4): 157.

- [3] Liu B M, Lai M X, Liang K N, *et al.* Study on the quality analysis of essential oil from *Baeckea frutescens* L. [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2004, 29 (6): 539-542.
- [4] Zhou Y X. *Studies on the Technics of the Fingerprint of Chinese Materia Medica* (中药指纹图谱研究技术) [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2002.

HPLC 法测定夏天无注射液中原阿片碱

朱才庆^{1,2}, 范其坤¹, 熊胜泉¹, 姚 闯¹, 余 华^{1*}, 魏东芝²

(1. 江西省药物研究所 天然药物研究室, 江西 南昌 330029; 2. 华东理工大学 生物反应器工程国家重点实验室, 上海 200237)

夏天无为罂粟科植物伏生紫堇 *Corydalis decumbens* (Thunb.) Pers. 的干燥块茎或全草, 又名一粒金丹、野延胡、伏地延胡索, 具有降压镇痉、活血通络、祛瘀、行气止痛等功效, 临床上用于脑梗死、周围神经损害性瘫痪、腰椎间盘突出症、坐骨神经痛、高血压等疾病及中小學生假性近视的治疗^[1]。药理研究表明, 夏天无可明显拮抗东莨菪碱或 D-半乳糖引起的动物(小鼠或大鼠)记忆获得障碍, 并能显著降低动物脑内乙酰胆碱酯酶的活性, 具有显著的促智作用及增强动物学习记忆的功能^[2,3]。夏天无中有效部位为生物碱, 原阿片碱为其中的主要活性成分。夏天无及其制剂中原阿片碱的测定方法有比色法、薄层扫描法^[4,5]和高效液相色谱法^[6]。本实验采用 HPLC 测定夏天无注射液中原阿片碱的方法简便快速、结果准确且重现性好, 可作为夏天无注射液的质量控制方法。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(大连依利特分析仪器有限公司), 包括 P200 II 型高压恒流泵, UV200 II 紫外可变波长检测仪, Rheodyne 7725i 高压六通进样阀, 20 μ L 定量环; HW 色谱工作站(南京千谱软件有限公司); M3 型百万分之一电子天平(瑞士 Mettler 公司)。

夏天无注射液(江西余江制药厂); 原阿片碱对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110853-200201); 甲醇为色谱纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 Hypersil BDS C₁₈ 柱(200 mm \times 4.6 mm, 5 μ m); 流动相为 1% 三乙胺-甲醇(40:60), 使用前用孔径为 0.45 μ m 有机滤膜减压滤过, 超声 20 min; 体积流量: 1.0 mL/min, 检测波长: 286 nm; 柱温: 25 $^{\circ}$ C, 进样量: 20 μ L。

2.2 可行性试验: 精密称取经 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的原阿片碱对照品 0.658 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加 1% 盐酸溶液溶解, 定容, 混合均匀, 制成 26.32 μ g/mL 对照品溶液。另取夏天无注射液, 制备成供试品溶液, 分别进样, 结果原阿片碱峰保留时间为 7.681 min, 分离具有很好的效果, 见图 1。

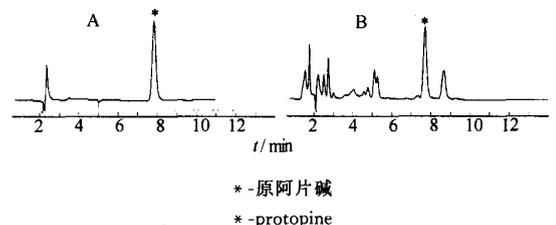


图 1 原阿片碱对照品(A)和夏天无注射液(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatogram of protopine reference substance (A) and Xiatianwu Injection (B)

2.3 线性关系考察: 精密称取经 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的原阿片碱对照品 1.291 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加 1% 盐酸溶液溶解并加至刻度, 摇匀, 制成 51.64 μ g/mL 储备溶液。分别取上述储备液 1、2、3、4、5、6 mL, 用 1% 盐酸定容至 10 mL。精密吸取上述对照

收稿日期: 2004-09-14

基金项目: 江西省重大科技攻关项目(赣科发计字[2002]64号)

作者简介: 朱才庆(1973—), 男, 江西信丰人, 工学博士, 现为华东理工大学、江西省药物研究所联合培养博士后, 研究方向为天然药物有效成分的分离纯化。E-mail: zhucqing@sohu.com

* 通讯作者 Tel: (0791) 8106317 Fax: (0791) 8101739 E-mail: jxyuhua@sina.com.cn