

- (6): 94
- [3] 国家药典委员会. 中国药典[S]. 2 部. 北京: 化学工业出版社, 2005: 252
- [4] 刘海英, 刘玉波, 车慧. 紫外分光光度法测定吡嗪酰胺片的含量[J]. 解放军药学学报, 2004, 20 (3): 233
- [5] 郭涛, 颜鸣, 宋洪涛, 等. 乙胺吡嗪利福异烟片中各组分的高效液相测定方法[J]. 药物分析杂志, 2007, 27 (4): 528

收稿日期: 2007-12-21

责任编辑: 陈建慧

## GC-MS 鉴别感冒清热颗粒中的紫苏叶

李焕丹<sup>1</sup> 张晓珊<sup>2</sup> 李康<sup>1</sup><sup>1</sup>广东药学院药物分析教研室 广东广州 510006<sup>2</sup>汕头大学分析测试中心 广东汕头 515063

**摘要 目的** 建立顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用法 (HS - SPME - GC-MS) 鉴别感冒清热颗粒中紫苏叶的方法。方法 样品在 80℃ 下, 用 100  $\mu$ m 聚二甲基硅氧烷 (PDMS) 固相微萃取纤维对样品顶空吸附 20 min, 于 230℃ 脱附 5min, 然后采用 GC-MS 对解析物进行分离鉴定, SPB-1701 柱 (30m  $\times$  0.25mm, 0.25  $\mu$ m)。结果 从感冒清热颗粒提取成分中鉴别来自紫苏叶的紫苏酮成分。结论 HS-SPME-GC-MS 可鉴定感冒清热颗粒的组成药味, 方法简便、迅速、准确、可靠。

**关键词** 顶空固相微萃取 气相色谱-质谱联用 感冒清热颗粒 紫苏叶

### GC-MS identification of folium perillae in Ganmao Qingre granules

LI Huandan<sup>1</sup> ZHANG Xiaoshan<sup>2</sup> LI Kang<sup>1</sup><sup>1</sup>Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006 Guangdong China<sup>2</sup>Center of Analysis and Testing of Shantou University, Shantou 515063 Guangdong China

**Abstract Objective** A new method was developed for the identification of Folium Perillae in Ganmao Qingre Granules by Headspace Solid-Phase Microextraction-Gas Chromatography-Mass Spectrometry. **Methods** The best response was obtained using a PDMS (100  $\mu$ m) fiber by HS-SPME when the extraction temperature was 80℃, extraction time was 20 min and desorption time was 5min. Analysis was performed by GC-MS with SPB-1701 column (30m  $\times$  0.25mm, 0.25  $\mu$ m). **Results** The main component Perilla ketone was easily detected

in Ganmao Qingre Granules which was identical with those from Folium Perillae. Conclusion The method was successfully applied to the identification of Folium Perillae in Ganmao Qingre Granules.

**Key words** Headspace Solid-Phase Microextraction Gas Chromatography-Mass Spectrometry Folium Perillae Ganmao Qingre Granules

**中图分类号:** R927 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-1245 (2008) 03-0079-03

感冒清热颗粒由11味中药制成,包括荆芥穗、薄荷、紫苏叶等含挥发油的药味,该药具有疏风散寒,解表清热功效,用于风寒感冒痛发热,恶寒身痛,鼻流清涕,咳嗽咽干<sup>[1]</sup>。其中君药荆芥穗、臣药薄荷的鉴别已有报道<sup>[2]</sup>。紫苏叶也是该方的臣药之一,性辛温,具有解表散寒,行气和胃功效<sup>[3]</sup>。本文采用固相微萃取与气相色谱质谱联用技术<sup>[4-5]</sup>,以紫苏叶为对照药材,其所含的主要成分紫苏酮为指标,鉴别感冒清热颗粒中的紫苏叶,现报告如下。

## 1 仪器与试药

1.1 仪器 岛津GC-17A & GCMS-QP5050A气相色谱-质谱联用仪。GC-17A气相色谱(多级程序控温、调压、载气流量控制);二级真空系统(机械泵与分子涡轮泵);电子轰击离子源(EI);四级杆质量分析器,检测分析工作站。

磁力加热搅拌器(IKA RET control-visc),萃取头手柄,7ml顶空瓶,100μm PDMS萃取头,7μm PDMS萃取头,85μm PA萃取头固相微萃取纤维购自Supelco公司。

1.2 试药 感冒清热颗粒(北京同仁堂制药二厂生产,批号060825),紫苏叶(购自广州二天堂药店,由广东药学院中药学院药用植物教研室鉴定,为唇形科植物紫苏[*Perilla frutescens* (L.) Britt]的干燥叶)。

## 2 分析条件

2.1 色谱条件 色谱柱:SPB-1701石英毛细柱(30m×0.25mm×0.25μm);进样口温度:230℃;升温程序:50℃保持3min,以10℃/min升至250℃保持8min;载气(He);流速1.0ml/min,柱前压:56kPa;分流比10:1。

2.2 质谱条件 电子轰击离子源(EI);电子能量70eV;传输线温度250℃;激活电压1.5V;质量扫描范围m/z 29~800。

## 3 方法与结果

### 3.1 顶空固相微萃取

取感冒清热颗粒0.2g,置7ml顶空瓶中,在80℃平衡10min,将固相微萃取装置插入顶空瓶中,在顶空萃取20min后,将固相微萃取装置迅速插入GC汽化室,在230℃分流模式解吸5min。同法,取紫苏叶粉末和缺紫苏叶的感冒清热阴性样品制得结果见图1~3。

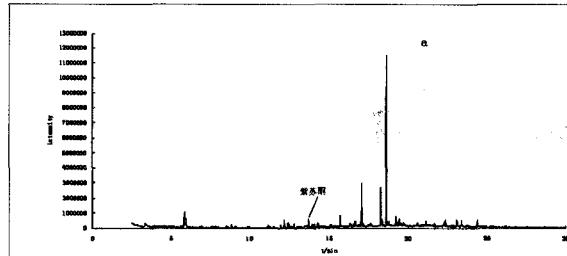


图1 感冒清热颗粒总离子流色谱图

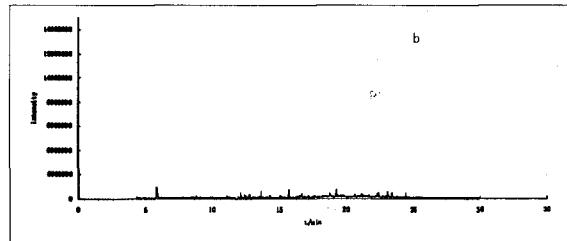


图2 阴性样品总离子流色谱图

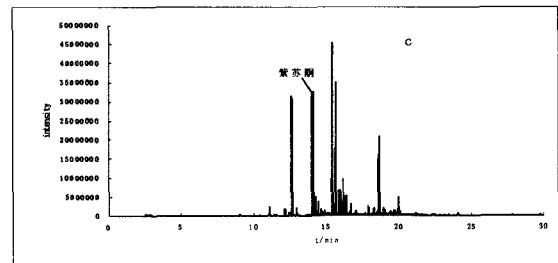


图3 紫苏叶总离子流色谱图

### 3.2 结果分析

由图3紫苏叶总离子流色谱图中可见,紫苏叶中紫苏酮含量较高(保留时间为14.0min);由图1感冒清热颗粒的总离子流色谱图中也可见紫苏酮。而图2紫苏叶阴性样品的总离子流色谱图中紫苏酮的峰消失。

## 4 讨论

本文对多种萃取头做了筛选包括100  $\mu\text{m}$  聚二甲基硅氧烷(PDMS)萃取头, 7  $\mu\text{m}$  PDMS萃取头, 85  $\mu\text{m}$  聚丙烯酸酯(PA)萃取头, 经试验证实100  $\mu\text{m}$  PDMS萃取头对于萃取紫苏酮效果最好, 因此最终选100  $\mu\text{m}$  PDMS萃取头。

顶空固相微萃取对感冒清热颗粒中紫苏挥发油的提取, 方法简单, 快速, 灵敏和无需有机溶剂, 可以作为感冒清热颗粒中鉴别紫苏叶的一种方法。

## 参考文献

- [1] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 1部. 北京: 化学工业出版社, 2005: 644
- [2] 林瑞民, 田箐, 李发美. GC-MS 鉴别感冒清

热颗粒中荆芥穗和薄荷[J]. 沈阳药科大学学报, 2002, 19 (3): 186

- [3] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 1部. 北京: 化学工业出版社, 2005: 237
- [4] 刘军锋, 陈家春, 等. 固相微萃取技术在中药挥发性成分分析中的应用[J]. 湖北中医院学报, 2006, 18 (2): 29
- [5] 刘源, 周光宏, 王锡昌. 顶空固相微萃取气质联用检测八角挥发性风味成分[J]. 中国调味品, 2007, (1): 67

收稿日期: 2007-12-21

责任编辑: 陈建慧

## 氯膦酸二钠新合成工艺

龙仲涛

广州白云山明兴制药有限公司 广东广州 510250

**摘要 目的** 结合工业化生产条件, 制定氯膦酸二钠新合成工艺。方法 以二溴甲烷和亚膦酸三乙酯为原料, 经亚甲基化、氯化、酸水解和成盐反应得到氯膦酸二钠。结果 合成产物的化学结构经元素分析、红外、核磁共振和质谱检测确证, 总收率为56%。结论 新工艺完全适合工业化生产。

**关键词** 氯膦酸二钠 合成 亚膦酸三乙酯

## New Synthesis of Clodronate

LONG Zhongtao

Guangzhou Baiyunshan Mingxing Pharmaceutical Co., Ltd., Guangzhou 510250 Guangdong China

**Abstract Objective** To formulate an original craft for industrial production of Clodronate. **Methods** Clodronate was synthesized by steps of methylenation, Chloration, acid hydrolysis and salting from dibromomethane and triethylphosphite. **Results** The chemical structure of composite production was confirmed by element analysis, IR, MR and PNMR. The overall yield of 56%. **Conclusion** The original craft of composition suits for