

天麻等中药材的裂解-气相色谱指纹鉴别

朱 妙琴 (浙江教育学院化学系, 浙江 杭州 310012)

摘要: 目的 天麻等中药材的直接鉴别。方法 利用裂解高分辨气相色谱法对天麻等中药材进行了快速鉴别。结果 每种中药材在特定条件下均有不同的裂解色谱图, 可容易地将它们加以区别。结论 气相色谱法具有快速、准确, 操作简单, 样品用量少, 预处理简单不需对样品进行分离提取, 可直接鉴别等特点。

关键词: 裂解气相色谱; 中药材; 鉴别

中图分类号: R282.710.2 文献标识码: A 文章编号: 1007-7693(2005)04-0295-03

Identification of traditional Chinese herbs by high resolution pyrolysis-gas chromatography

ZHU Miaojin (Department of Chemistry, Zhejiang Education Institute, Hangzhou 310012, China)

ABSTRACT: **OBJECTIVE** To identify of traditional Chinese herbs. **METHOD** Identification of traditional Chinese herbs (*Gastrodia elata* Bl., *Panax ginseng* C. A. Mey.) by high resolution pyrolysis-gas chromatography. **RESULTS** Their gas chromatography are different in *Gastrodia elata* Bl., *Panax ginseng* C. A. Mey. and their false materials. **CONCLUSION** The method is precise, quick and need not damage samples.

KEY WORDS pyrolysis-gas chromatography; traditional Chinese herbs; identification

药材的道地性检验直接关系到医治的效果。道地中药材被以假乱真的现象时有发生, 误用伪品延误病情甚至中毒死亡之事并不鲜见。因此, 中药材真伪的鉴定是确保用药安全、有效的重要环节。

目前, 中药材的鉴定多采用基原鉴定、药材性状鉴定、显微鉴定和理化鉴定等^[1]。基原鉴定是指利用药材原植(动)物的科名、原植(动)物名、药用部位及采收季节和产地加工进行鉴定, 但即使具有丰富的动、植物和矿物的分类知识, 也难以对品种间的药材进行鉴别; 药材性状鉴定主要是利用感官对药材或饮片进行鉴定, 经验性依赖限定其发展; 显微鉴定较困难, 因为显微特征差别细微, 方法本身难以掌握; 一般的理化鉴别只反映个别的活性成分的含量, 并不完全反映药材质量的好坏; 药材的采收季节也不严格, 而不同采收季节的相同等级的同种药材, 其化学组分的含量可能存在较大的差异。许多现代仪器分析方法如质谱法、荧光法和 DNA 技术等的应用, 促进了中药质量研究的发展, 但这些方法也存在一些不足: 如需对药材进行分离提取, 耗时耗试剂, 不是很环保, 难以普遍推广。

不同的中药材, 特别是真品与其伪品, 其外观有时非常相似, 以至于连一些老药工也莫辨真假, 但其所含化学成分相差较大。根据裂解气相色谱原理, 一定物质在一定的裂解气相色谱条件下, 应该有其特定的“指纹”图。本实验所用裂解高分辨气相色谱法, 将样品在高温下进行热裂解, 裂解产物用毛细管气相色谱法进行分析, 可得到被分析样品的组分和结构信息。

1 仪器设备和测试条件

日本岛津 GC-15A 气相色谱仪, PYR-2A 管式裂解炉, C-中国现代应用药学杂志 2005 年 8 月第 22 卷第 4 期

R4A 色谱数据处理机。OV-101WCOT 石英毛细管柱, 25m × Ø 0.22mm, 柱温 35℃ (5min), 5℃/min, 85℃/min, 180℃ (2min) 汽化室温度 200℃, 检测器为 FID, 温度 250℃ 载气 N₂, 50/min, 分流比 50:1, 吹尾气 N₂ 40mL/min 燃气为 H₂ 50mL/min 助燃气为空气, 500mL/min, 裂解温度 700℃, 裂解时间 0.6min, 进样量 1mg 左右。

2 药材样品来源 (括号内为原植、动物学名) 及简单制备

天麻 (*Gastrodia elata* Bl.) 为名贵的兰科药用植物, 入药已有两千余年的历史, 主治高血压、头痛眩晕、口眼歪斜、肢体麻木、小儿惊厥等症。产地四川; 天麻的伪品紫茉莉 (*Mirabilis jalapa* L.)。人参 (*Panax ginseng* C. A. Mey.), 产地长白山; 人参的伪品商陆 (*Phytolacca acinosa* Roxb.)。哈蟆油 (*Rana temporaria chensinensis* Davia), 产地浙江; 哈蟆油的伪品产地不祥。白术, (*Atractylodes macrocephala* Koilz), 产地浙江、江西、江苏; 苍术, (*A. lancea* (Thunb.) DC. 产地浙江。麦冬 (*Ophiopogon japonicus*), 产地浙江、湖北。(麦冬伪品) 香附 (*Cyperus rotundus*)、粗根茎莎草 (*C. stolonifens*), 产地浙江。各药材样品由浙江大学药学院生药教研室、植化教研室或由杭州医药采购供应站提供, 并经浙江大学药学院曾宪武副教授鉴定, 直接粉碎或切片后粉碎, 过 100 目筛, 混匀, 备用。

3 样品裂解分析过程

称取 1mg 药材粉末样品, 置于铂舟中, 将铂舟放在推杆前端, 再将推杆固定在裂解器上, 打开气路截止阀, 慢慢推入推杆置于冷却区内, 待气流稳定后, 把推杆推入裂解炉加热区内, 使样品裂解, 同时开始气相色谱分析, 0.6min 后把推杆拉出, 置于铂舟于冷却区。气相色谱分析结果由色谱数据处

理机记录。

4 结果与讨论

4.1 天麻等真伪中药材裂解高分辨气相色谱分析与比较

在前述实验条件下,对天麻和其伪品紫茉莉;人参和其伪品商陆;哈蟆油及其伪品;白术及其苍术,进行了裂解高分辨气相色谱分析,得到了各自的裂解气相色谱指纹图谱,见图 1~8。

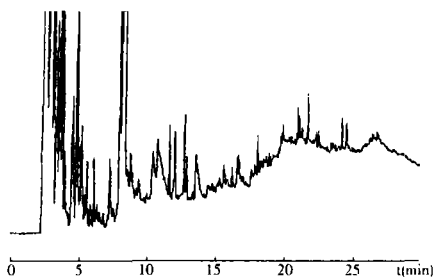


图 1 天麻裂解气相色谱图

Fig 1 *Gastrodia elata* B1 PGC

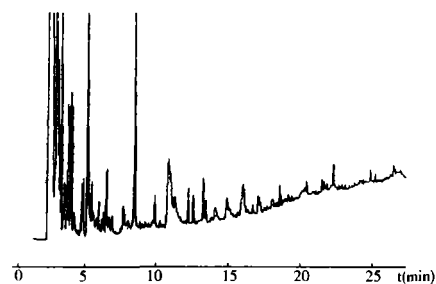


图 2 紫茉莉(天麻伪品)裂解气相色谱图

Fig 2 *Mirabilis jalapa* L PGC

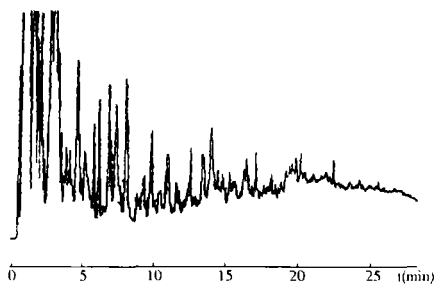


图 3 人参裂解气相色谱图

Fig 3 *Panax ginseng* PGC

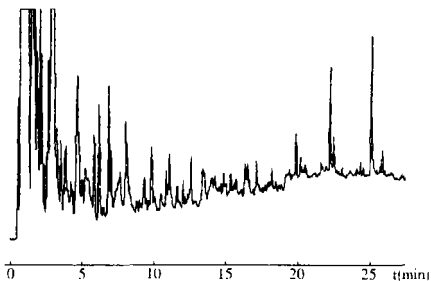


图 4 商陆(人参伪品)裂解气相色谱图

Fig 4 (*Pseudoginseng*) *Phytolacca acinosa* Roxb PGC

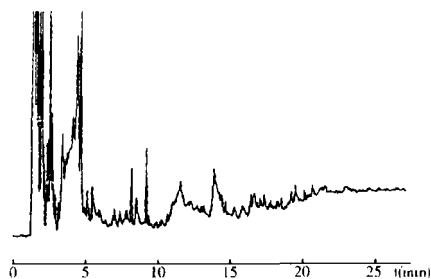


图 5 哈蟆油裂解气相色谱图

Fig 5 *Rana temporaria chensinensis* Davia PGC

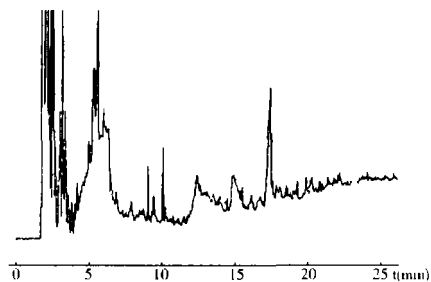


图 6 哈蟆油伪品裂解气相色谱图

Fig 6 (*Pseudorana*) *temporaria chensinensis* Davia PGC

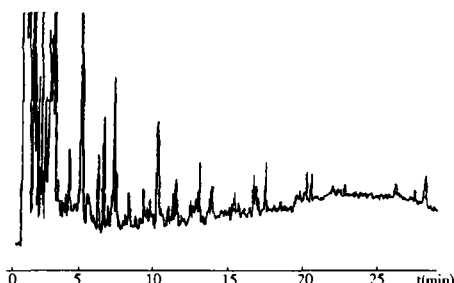


图 7 白术裂解气相色谱图

Fig 7 *Atractylodes macrocephala* Koilz PGC

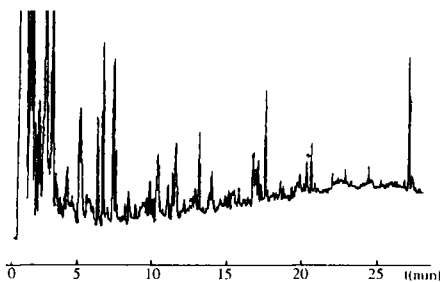


图 8 苍术裂解气相色谱图

Fig 8 *Lancea* PGC

比较这些图谱可以发现:不同中药材的裂解气相色谱行为各不相同,都有各自的指纹特征。为此,在实际工作中,只要比较在相同条件下的裂解气相色谱图谱,即可进行快速鉴别认定。

4.2 不同产地麦冬及其伪品的裂解高分辨气相色谱分析与比较

作者还对不同产地的麦冬进行了分析,发现产地不同的同种中药材,所得的裂解气相色谱指纹图谱基本相同,只是有些成分的含量有些差异。见图 9~10。

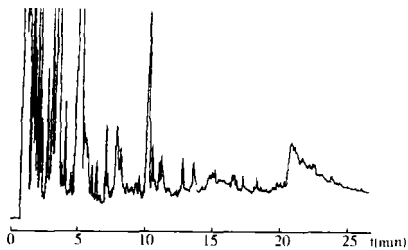


图 9 湖北麦冬裂解气相色谱图

Fig 9 *Ophiopogon japonicus* PGC (Hubei)

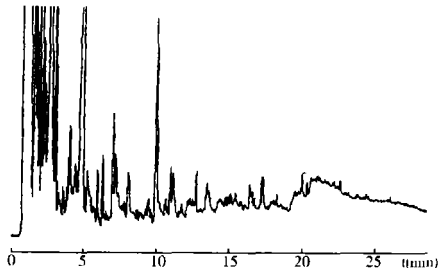


图 10 浙江萧山麦冬裂解气相色谱图

Fig 10 *Ophiopogon japonicus* PGC (Zhejiang)

此外,在分析麦冬样品图谱时,我们发现注明为麦冬地的两个未知样品不仅在色谱图上还是用计算机处理后,均与麦冬样品存在明显差异,我们认为不是麦冬,后经查询确是香附和粗根茎莎草,见图 11~12。由此进一步证明,裂解气相色谱法可用于中药材的真伪鉴别^[2]。

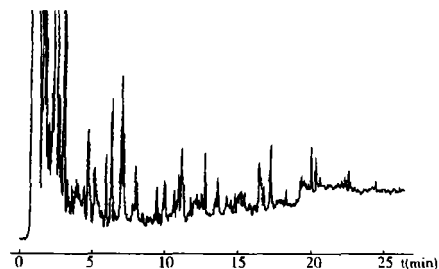


图 11 香附(伪品麦冬)裂解气相色谱图

Fig 11 (*Pseudophipogon*) *Cypers rotundus* PGC

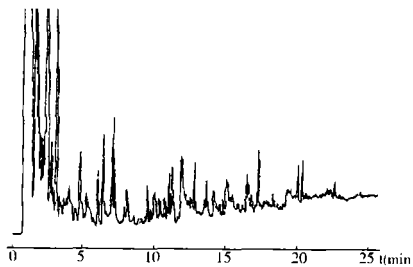


图 12 粗根茎莎草(伪品麦冬)裂解气相色谱图

Fig 12 (*Pseudophipogon*) *C. stoloniferus* PGC

4.3 裂解气相色谱的重复性实验

裂解气相色谱法的从现性与样品复杂程度、进样量、裂解炉的类型、裂解时间与温度及气相色谱条件选择、所用检测器等有关。在裂解炉、样品及检测器已定的情况下,裂解时间与温度、色谱条件就成为主要因素。作者对各种实验条件进行了摸索,发现本实验条件较为理想。在严格控制实验操作条件下,对同一样品进样三次以上,所得指纹图不变,重复性好,符合鉴别要求。

本实验所用的裂解气相色谱法,灵敏度高,可以得到产物图谱群中具有特别结构的个别组分的裂解图谱,也称为“指纹”图谱。此外,与其他分析方法相比,裂解气相色谱法无需对药材进行分离提取,避免了在提取处理过程中各种因素的干扰(如溶剂效应等),同时获得了纯药材的裂解气相色谱指纹图谱。这些图谱是各种混合物各自强度的叠加,反映的是药材的整体效应。从实验结果知:只要在相同的实验条件下,裂解气相色谱法对同一样品实验重复性很好,因此可以说鉴别的准确度较好,具有很好的应用前景。

参考文献

- [1] 孙素琴,刘军. 红外光谱结合主成分分析鉴别道地山药[J]. 分析化学, 2002, 30(2): 140
- [2] 舒璞,陈浩. 高分辨裂解气相色谱在前胡族系统分类中的应用[J]. 植物资源与环境学报, 2001, 10(3): 51.

收稿日期: 2004-04-14

止血敏引起过敏反应 1例

陈素花,李文军(河北省昌黎县人民医院,河北 昌黎 066600)

中图分类号: R973.1 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2005)04-0297-01

患者,女,74岁,因车祸伤及右上臂、左肘部,伤后右上臂活动受限,双上肢、左腰部疼痛,伴有血尿。诊断为左肾挫伤;右肱骨骨折。但患者强烈要求出院。6d后因病情未见明显好转而又返回住院治疗。给予止血敏(杨州中宝制药有限公司,规格 2mL: 0.5g 批号: 0207192) 2.0g 加入 5% 葡萄糖注射液 500mL 中静滴,每日 1 次, d2 输液结束后进针手臂轻微瘙痒。 d3 静滴止血敏约 1h 后输液手臂瘙痒,出现荨麻疹,进而自觉周身不适、胸闷、呼吸困难。立即停药,给予非那根

25mg 肌注、氟美松 5mg 肌注、吸氧, 40min 后症状逐渐缓解。

止血敏临床使用多年,不良反应较少见,本例患者用药比较单纯,且过敏反应初时较轻,随着继续用药过敏症状不断加重,以致引起全身不适、胸闷、呼吸困难。故可确定过敏反应为止血敏所致。因此,提醒医务工作者,在使用止血敏时应密切观察,一旦提示有过敏反应存在,应及时停药,以免过敏症状加重发生意外。

收稿日期: 2004-12-30