

石决明成分与结构的分析研究

南京中医药大学(210029) 吴德康* 吴启南 叶冠
江苏省海安县医药总公司 朱华龙

摘要 用等离子发射光谱法对其5种石决明样品分别测定了无机微量元素,并用X衍射仪进行了结构的测定分析。结果表明均含两类成分,即三方晶系CaCO₃(方解石)及斜方晶系CaCO₃(文石)。同时还进行了红外光谱测定及差热分析。结果表明5种石决明样品图谱特征亦相似。

关键词 石决明 等离子发射光谱 X-衍射

Analytical Studies on the Chemical Composition and Structure of Abalone Shell

Nanjing University of TCM (Nanjing 210029) Wu Dekang, Wu Qinan and Ye Guan

Haian General Pharmaceutical Company in Jiangsu Province Zhu Hualong

Abstract Inorganic trace element in 5 samples of Abalone Shell were determined by ICP and their structures analyzed by X-ray diffractometer. Result of the study showed that all samples were composed of two different crystalline structures; the trigonal CaCO₃ crystals (calcite) and rhomboidal CaCO₃ crystals (aragonite). Results of IR spectra and differential thermal analysis of the 5 samples also showed similar atlas characteristics.

Key words Abalone Shell ICP X-ray diffraction

石决明为常用动物类中药。始载于《名医别录》,具有平肝潜阳,明目之功。中医临床主要用于高血压病引起的头痛、眩晕等症。《中华人民共和国药典》1995年版规定石决明来源为软体动物门鲍科动物杂色鲍等6种动物的贝壳。实际商品石决明并非如此,十分混乱,涉及治病的有效成分及机制至今未见完整、系统的报道。为了临床用药安全有效,为了今后制订合理的质量标准。笔者首先开展了有关石决明成分方面的研究。

1 无机元素的测定

1.1 实验材料及预处理

1.1.1 实验材料:购自江苏省药材公司,品种经王永珍教授鉴定:见表1。

表1 实验材料

编号	来源
1	杂色鲍 <i>Haliotis diversicolori</i> Reeve 的贝壳
2	皱纹盘鲍 <i>H. discus hannai</i> Ino 的贝壳
3	澳洲鲍 <i>H. ruber</i> (Leach) 的贝壳
4	白鲍 <i>H. lavigata</i> (Donovan) 的贝壳
5	美德鲍 <i>H. midae</i> Linne 的贝壳

1.2 预处理:用去离子水清洗干净样品表面,然后置入烘箱 105℃ 烘 3 h,取出稍冷,用小型粉碎机打粉,过 100 目筛,精密称取粉末 1 g 于小烧杯中,加入约 20 mL 硝酸和 1 mL 高氯酸,于电热板上硝化,硝化后,用 1:1 盐酸提取至 50 mL 容量瓶中,并稀

释至刻度,备用。

1.2 仪器及工作条件

1.2.1 仪器:美国 Jarrell-Ash 公司 Atomcop Mark III, 1100 真空型;63 通道等离子发射光谱仪;同时配有 PDP 11/23 计算机。

1.2.2 工作条件:发生器输出功率 1.1 kW;氩气纯度 99.99%,压力 156.96 kPa,冷却气 17.5 L/min,工作气 0.6 L/min,雾化气 0.3 L/min;试样提升量 1.6 mL/min,观察高度 15 mm。

1.3 样品分析结果见表 2。

表2 5种石决明的元素分析结果

元素	杂色鲍	皱纹盘鲍	澳洲鲍	白鲍	美德鲍
Al	2.0	7.95	8.0	—	8.0
Ba	2.8	3.97	4.38	1.59	2.8
Co	—	1.19	—	—	—
Cr	36.0	23.8	15.9	19.9	10.8
Cu	59.0	246	566	191	136
Fe	315	254	287	183	128
Mg	320	0.10%	0.44%	809	0.18%
Mn	20.8	7.15	14.3	3.98	3.2
Na	0.61%	0.56%	0.46%	0.53%	0.49%
P	52.0	119	187	79.7	84
Pb	13.6	—	—	23.9	—
Si	100	120	143	63.7	164
Sr	0.16%	0.14%	0.19%	0.17%	0.16%
Ti	1.20	2.38	5.58	2.39	1.60
V	—	2.82	—	1.59	0.80
Zn	344	152	371	119	88
Ca	≈40.0%	≈40.0%	≈38.9%	≈40.0%	≈39.7%

* Address: Wu Dekang, Nanjing University of TCM, Nanjing

浓度单位除标有(%)外,其余均为 $\mu\text{g/g}$ 。空格表示样品稀释 500 倍后,该元素含量低于检出限。

2 X 射线衍射仪对样品的结构分析

2.1 实验材料:同前。

2.2 仪器及工作条件

2.2.1 仪器:日本 Rigaku Corporation D/max-RA 旋转阳极 X 射线衍射仪。

2.2.2 工作条件:target/filter (Monochro):Cu/石墨; Voltage/current: 40 kV/80 mA; Step Width: 0.01 deg; Preset time: 0.01 sec; angle zoom: 1; smoothing:10; Peak Search:5 12; Slits:ds/ss 1 deg rs 0.3 mm; detector:SC。

2.3 分析结果:5 种贝壳成分相似。

3 差热分析仪对样品的分析测定

3.1 实验材料:同前。

3.2 仪器和工作条件

3.2.1 仪器:美国 Perkin-Elmer 公司生产的差热分析仪(DSC-2C)。

3.2.2 工作条件:scan rate: 20.00 deg/min; scan temperature (K) breadth:340~840。

3.3 分析结果见图 1。

4 红外光谱仪对样品的分析测定

4.1 实验材料:同前。

4.2 仪器:傅里叶变换红外光谱仪(FTIR)由美国 Nicolet 公司生产。

4.3 测定方法:KBr 压片法。

4.4 分析结果:5 种贝壳的红外光谱相似。

5 讨论

5.1 元素分析结果表明:测定的 23 种元素,实际只检出 17 种元素,As、Be、Cd、Li、Mo、Ni 均未检出,

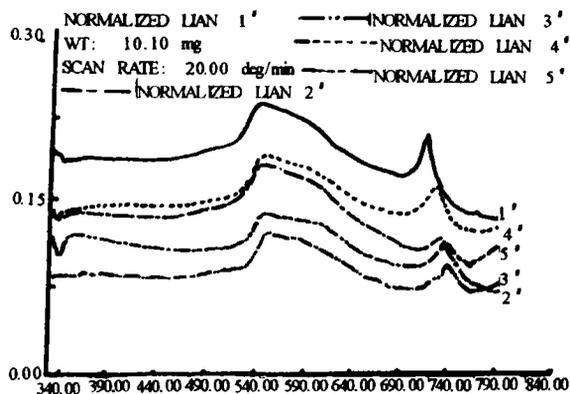


图 1 差热分析图

Ca 的含量均较高,Zn、Cu 元素含量亦较高。与治疗高血压疾病有关的 Sr 的含量是一般植物药的 100 倍。此外特别需注意,杂色鲍、白鲍均检出有害元素 Pb,可能是养殖环境污染所致。

5.2 X 射线衍射分析结果表明:5 种贝壳成分相似,主要成分为二类,依据晶体类型,一种为三方晶系的 CaCO_3 ,另一种为斜方晶系的 CaCO_3 ,前者属一轴晶的方解石,后者为二轴晶的文石。

5.3 差热分析的结果表明:5 种贝壳成分的图谱十分相似,在 510(K)、720(K)处均出现放热峰,说明它们的主成分应该是接近的。

5.4 红外光谱测定结果表明:5 种贝壳的红外光谱图极相似,佐证了它们的主成分是一致的。

5.5 美德鲍是中国药典未收录的品种,从元素分析、X 射线衍射分析、热分析、红外光谱的测定分析,其贝壳成分与药典收录的品种相比,发现主成分十分相似,而且未检出有害物质,故建议下版药典作为石决明的资源。

(2000-02-25 收稿)

大叶马蹄香根的化学成分研究

北京大学药学院天然药物学系(100083) 王璇* 隆长锋 蔡少青 赵玉英

摘要 从细辛属植物大叶马蹄香根 *Asarum maximum* 的乙醇提取物中分离出 10 个化合物,经理化常数和光谱鉴定其结构,分别为左旋芝麻脂素(1-sesamin, I)、2,4,5-三甲氧基苯甲醛(2,4,5-trimethoxyl-benzaldehyde, II)、1-[(2,4,5-三甲氧基)-苯基]-1-丙酮(1-[(2,4,5-trimethoxyl)]-phenyl-1-propanone, III)、1-[(3,4-二甲氧基)-苯基]-1-丙酮(1-[(3,4-dimethoxyl)]-phenyl-1-propanone, IV)、 β -谷甾醇(β -sitosterol, V)、十八酸单甘油酯(glycerol monostearic acid, VI)、细辛脑(asarone, VII)、胡萝卜苷(daucosterol, VIII)、马兜铃内酰胺(aristololactam I, IX)、7-甲氧基-马兜铃内酰胺(7-methoxyl-aristololactam IV, X)

* Address: Wang Xuan, College of Pharmacy, Beijing University, Beijing

王璇女,博士,北京大学药学院教授,硕士生导师。1982年毕业于北京医学院药学院,并于1985年在该校获理学硕士学位。1989年在日本富山医科药科大学获药理学博士学位。主要从事中药分析,生药鉴定和活性成分的研究。曾连续参加国家“六·五、七·五、八·五”和“九·五”攻关项目,历次所承担的子课题均和其他子专题一起获得部级和国家级科技进步奖各3次,已在国内外期刊上发表论文30余篇。