

中药原材料所含化学成分的定性分析

相关产品：质谱仪(MS)

前言

中药中通常含有多种有效成分，因此相比西药，对中药成分进行系统性分析并非易事。在分析中药有效成分的初期阶段，即对中药原材料中所含有的化学成分进行定性分析时，常使用到气相色谱-质谱仪(GC-MS)。然而，历来以数据库检索为主的GC-MS分析有时无法完全确定原材料的化学成分。

另一方面，日本电子的GC-高分辨率质谱仪(GC-HRMS) JMS-T2000GC已实现：1. 高精度的质量分析；2. 通过电子电离法(EI)及软电离法(SI)得到分子离子和碎片离子；3. 通过msFineAnalysis AI进行自动化数据分析，确定化学组成，预测化学结构。本应用报告介绍了使用JMS-T2000GC及msFineAnalysis AI对中药原材料中含有的化学成分进行定性分析的案例。

实验

本报告采用市售干燥的野菊花 (*Flos Chrysanthemi Indici*) 作为研究对象。按照Figure 1所示的实验步骤，先将1.1 g样品浸泡在10 mL乙醇(≥99.5%)中，在室温下超声30 min。

随后提取溶液上层澄清部分，加入无水硫酸钠后静置30分钟，再将提取液注入GC-HRTOFMS。GC-HRTOFMS测量所采用的离子化方法为EI法和作为SI被使用的FI (Field Ionization) 法，解析软件采用msFineAnalysis AI。测量条件的详细参数如Table1所示。

结果和分析

EI和FI的总离子色谱图(TICCs)如Figure 2中所示。检测出了包括图中●所示的eucalyptol、camphor、borneol、bornyl acetate在内的141种成分，这4种化合物据报道为活性成分⁽¹⁾。

比较由分子离子推测出的化学组成式与NIST数据库检索结果显示的预测化合物，有81种成分不一致。

然而，msFineAnalysis AI不仅安装了NIST数据库，还安装有能根据化合物结构进行AI预测的EI质谱数据库。AI数据库的分析结果显示，这81种成分的特征片段离子近乎一致，并且具有由分子离子推测出的组成式的化合物也出现在分析结果中。

分析结果显示，各峰主要归属于萜烯、萜烯、脂肪酸、烷烃、甾醇，图中也显示出了化合物群和检测区域。

Table 1. Measurement and analysis conditions

GC-HRMS	
Gas Chromatograph	8890 GC (Agilent Technologies, Inc.)
Mode	Splitless
Inlet temperature	280 °C
Column	DB-5MS, 30m x 0.25mm, 0.25µm (Agilent Technologies, Inc.)
Oven	50°C (1min) → 10°C/min → 320°C (10min)
Carrier gas	He, 1.0mL/min
Injection volume	1µL
TOFMS	
TOFMS	JMS-T2000GC (JEOL Ltd.)
Ionization	EI+ : 70eV, 300µA FI+ : -10kV, 40mA
Monitor ion range	m/z 10-800
Analysis software	msFineAnalysis AI (JEOL Ltd.)

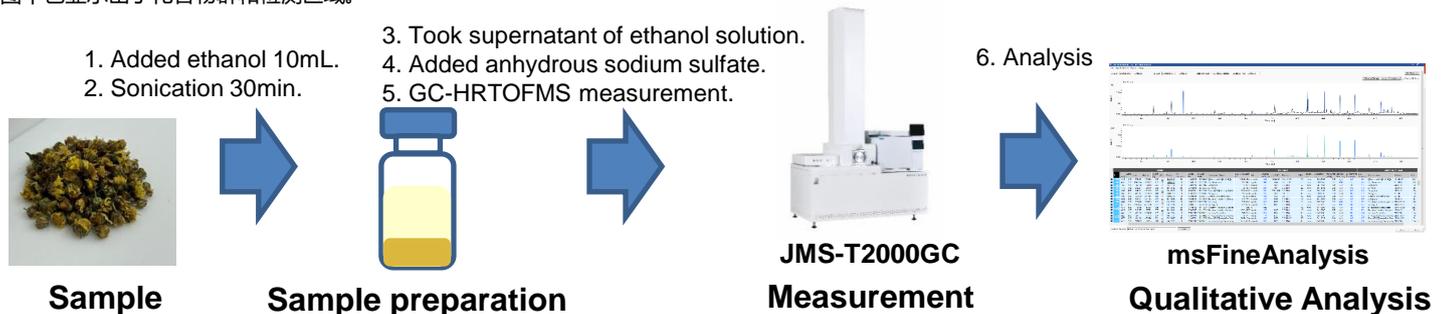


Figure 1. Experimental process

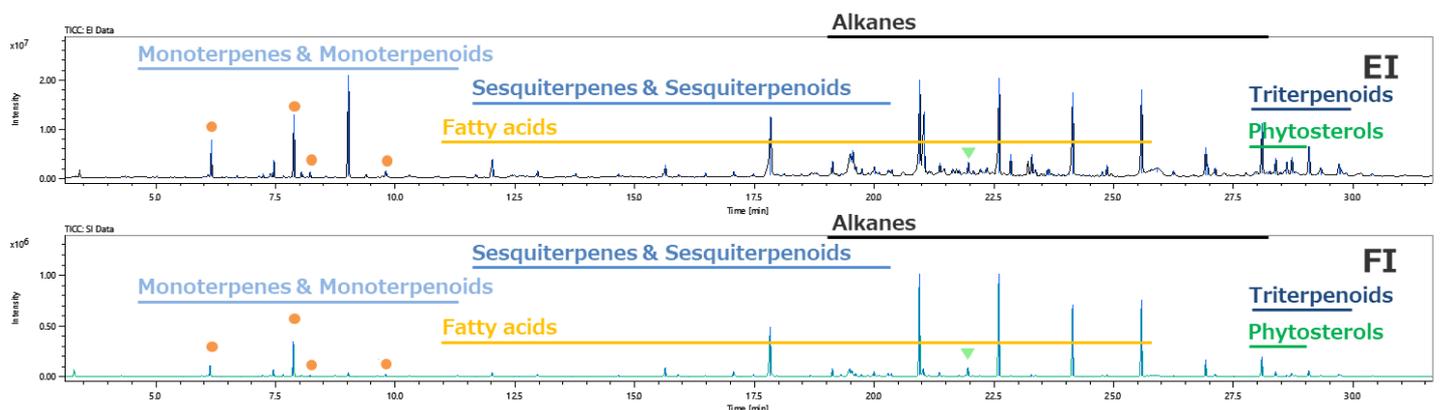


Figure 2. EI and FI TICCs of Flos Chrysanthemi Indici ethanol extract.

Figure 2 所示的保留时间为21.96分处检测出的峰，在**Figure 3**和**Figure 4**中分别展示了其质谱图及化学结构的预测结果。根据**Figure 3**的质谱图中确定的分子离子的精密质量，可推测其化学组成为 $C_{17}H_{18}O_5$ 。NIST数据库搜索EI质谱的结果中却没有得到相似度大于700的化合物。

另一方面，**Figure 4**中所示的msFineAnalysis AI的Structural Analysis结果中，(2R)-4,7-dimethyl-1-propan-2-yl-1,2,3,5,6,8a-hexahydronaphthalen-2-ol的AI预测质谱和实测质谱获得了高AI得分和AI probability，表明了推测的化学结构具有较高可靠性。

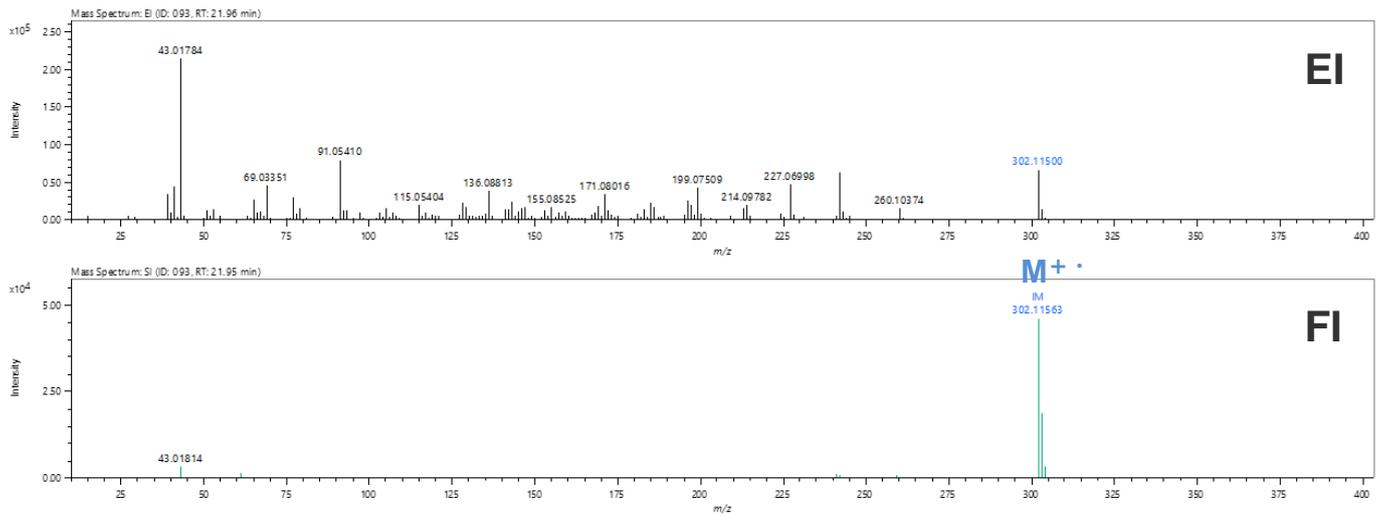


Figure 3. EI and FI mass spectra of retention time 21.96 minutes component in Flos Chrysanthemi Indici ethanol extract.

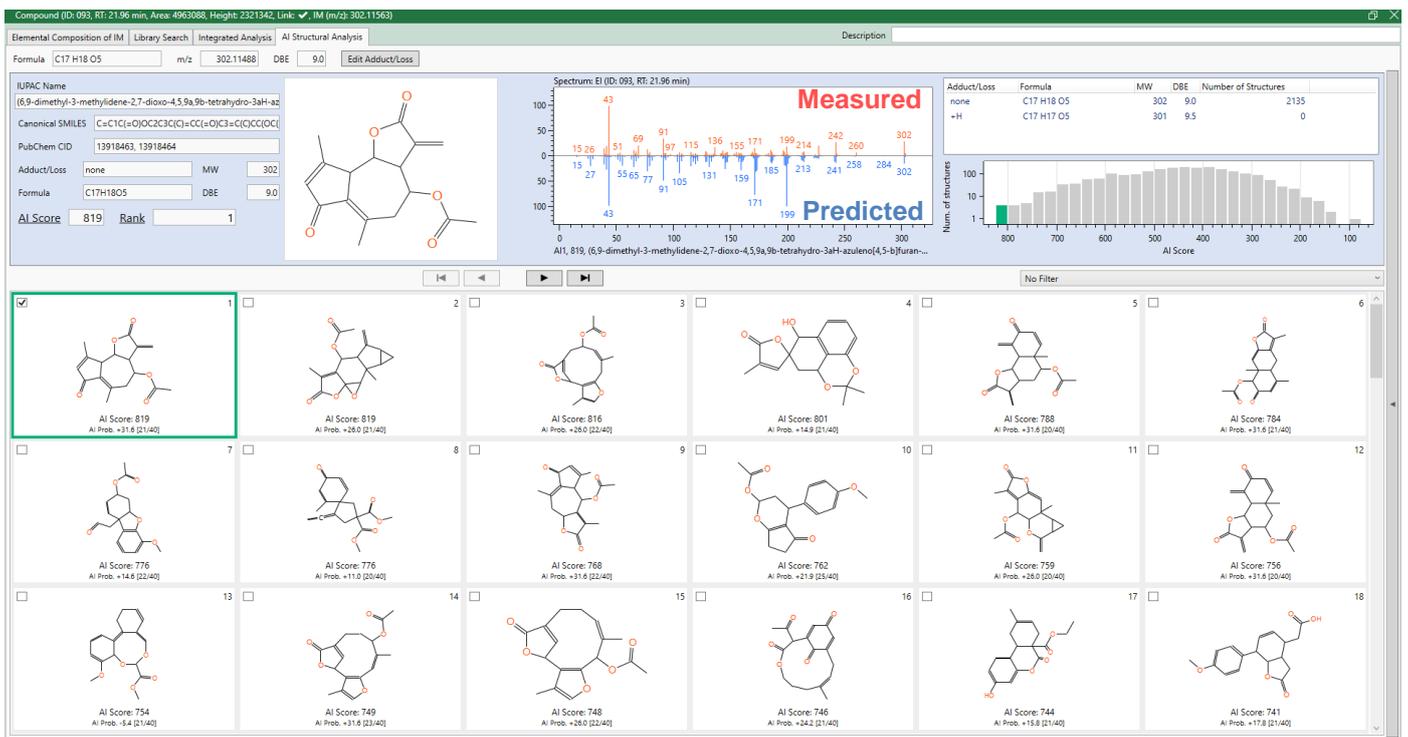


Figure 4. Structural Analysis results of retention time 21.96 minutes component by msFineAnalysis AI

总结

本应用报告显示，msFineAnalysis AI不仅可以减少分析时间和人力，而且是可推测化学组成和预测化学结构的高级定性分析工具。对中药成分的正确性分析，能够对中药制药和品质管理提供有效帮助。不仅限于本研究所介绍的中药原材料，在对天然药物中含有的化学成分进行定性分析等领域中，msFineAnalysis AI的应用也十分值得期待。

参考文献

[1] Jiesheng Ye., Chemical Papers, 2009, 63, 5, 506-511. DOI: 10.2478/s11696-009-0056-0

Copyright © 2023 JEOL Ltd.

Certain products in this brochure are controlled under the "Foreign Exchange and Foreign Trade Law" of Japan in compliance with international security export control. JEOL Ltd. must provide the Japanese Government with "End-user's Statement of Assurance" and "End-use Certificate" in order to obtain the export license needed for export from Japan. If the product to be exported is in this category, the end user will be asked to fill in these certificate forms.

