

瓜木中毒的 GC/MS 检测 1 例

★ 姜燕¹ 段韵² 王洪宗³ (1. 江西省南昌大学第二附属医院药剂科 南昌 330006; 2. 江西省人民医院药剂科 南昌 330006; 3. 江西省公安厅物证鉴定中心 南昌 330006)

关键词: 瓜木; GC/MS; 毒藜碱

中图分类号: R 595.4 文献标识码: B

1 临床资料

2007 年 4 月 28 日晚 8 时, 钱某吃过土郎中给的草药瓜木侧根、须根后, 于晚上 9 时许感到头昏、乏力, 晚上 11 时许出现呕吐、四肢无力、胸闷气逼, 于 29 日上午 10 时送医院抢救无效死亡。而土郎中以前也用此草药给人治伤痛却没有中毒死亡, 就认为不是自己给的草药瓜木侧根、须根引起的钱某死亡。从而产生医疗纠纷。

为了查明中毒死亡原因, 经尸体检验, 解剖提取钱某的胃组织、肝组织送检, 经称重吃剩的该药渣超过文献资料上的用量太多。

2 实验部分

2.1 仪器及参考条件^[1] 岛津 GCMS-QP2010 气/质联用仪。

GC 条件: DB-5MS 毛细管柱 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)、分流比 10:1, 载气氦气, 进样口 280 °C, 流量模式为恒线速度, 总压力 122 kPa, 总流量 22.8 ml/min, 柱温 80 °C (1 min, 5 °C/min)、130 °C (2 min, 10 °C/min)、200 °C (1 min, 20 °C/min)、280 °C (3 min), 柱流量 1.8 ml/min, 隔垫吹扫 3 ml/min。

MS 条件: EI 源 200 °C, 接口温度 250 °C, 溶剂切割时间 4 min, 检测器相对电压 0.7 kV, 阈值 300, 收集时间 4.5 ~ 28 min, 收集范围 m/z 33 ~ 450。

2.2 样品和试剂 草药瓜木侧根及须根 (新采取的)。0.1 mol/L HCl 溶液, pH9.5 碳酸钠及碳酸氢钠缓冲液, 实验中使用的乙酸乙酯、正己烷、无水硫酸钠均为分析纯。

2.3 取材方法 (1) 草药瓜木侧根及须根: 直接从草药瓜木植物上新鲜采挖、洗净即可。

(2) 固体检材: 分别取瓜木侧根及须根、胃组织、肝组织检材各 10 g 置带柄瓷皿中, 绞碎后分别转入 50 ml 具塞试管中, 加 0.1 mol/L HCl 溶液 30

ml 置 80 °C 水浴上浸泡 30 min, 取下放冷后 3 500 r/min 离心分出上清液, 上清液转入 100 ml 具塞试管中, 用 pH9.5 碳酸钠及碳酸氢钠缓冲液调至碱性, 分别用 30 ml × 2 乙酸乙酯-正己烷 (3:1) 提取, 无水硫酸钠脱水过滤于园底瓷皿中, 置 50 °C 水浴浓缩挥干, 加无水乙醇溶解残渣, 用微量进样器吸取 1 μl 进 GC/MS/EI 分析。

(3) 液体检材: 取喝剩的草药瓜木侧根及须根残渣液、尿液、胆汁、血液检材各 10 ml, 分别置 50 ml 具塞试管中, 加 0.1 mol/L HCl 溶液 20 ml 置 80 °C 水浴上浸泡 30 min, 其它同固体检材操作。

3 结果与讨论

送检的草药瓜木侧根及须根、胃组织、喝剩的草药瓜木侧根及须根残渣液、尿液、肝组织等检材中, 均检出毒藜碱成分。

检出的毒藜碱基峰 m/z 为 84, 分子离子峰为 m/z 为 162, 其它主要碎片峰 m/z 为 105、133、119、80 等。毒藜碱在本检验方法条件下是 15.4 min 左右出峰, 用比对草药瓜木侧根及须根进行平行定性检测, 结果可靠。

草药瓜木及人体生物检材中的毒性成分在国内未见有 GC/MS/EI 的检测方法报道, 本文介绍的检验方法仅供参考。

从本案例的人体检材中检出的毒藜碱相同量的检材中的相对含量是: 胃组织及内容物较大, 其它依次是胆汁、尿液、肝组织、血液。

用乙酸乙酯: 正己烷 (3:1) 提取检材效果较好, 操作较简便, 适用于办案。

参考文献

[1] 徐礼焱, 沙世炎. 中草药有效成分分析法 (下册) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1984: 10.

(收稿日期: 2007-08-19)