

快速定性黄柏中金胺 O 染色假药的应用案例

前言

中药的使用在我国已有数千年的历史，在疾病的预防、治疗和养生保健方面做了卓越贡献，是中国优秀医药文化的代表。而包括中药材、中药饮片和中成药在内中药，又是我国现代临床用药的重要组成部分。2016 年我国中药进出口高达 46 亿美元，随着世界范围内中药关注度的提高，中药安全性已成为制约我国中医药发展和中药国际化的瓶颈。

中药安全性的一个代表性问题是掺假掺伪事件频发，尤其是中药材利用有毒化学染色剂以次充好屡禁不止。2015 年 10 月 23 日，国家食药总局通报了 9 批中药材及中药片检出金胺 O 的通告，其中 7 批为黄柏，成为金胺 O 染色的重灾区。据文献报道，市场上黄柏中金胺 O 的含量范围是 40-1100mg/kg。

黄柏，为芸香科植物黄皮树的干燥树皮，最早的药用记载可追溯到《神农本草经》，习称“川黄柏”。剥取树皮后，除去粗皮，晒干而成。据《中华人民共和国药典》（2015 版）记述，黄柏具有清热燥湿、泻火除蒸、解毒疗疮之功效，广泛用于湿热泻痢、黄疸尿赤、疮疡肿毒、湿疹湿疮等症。

金胺 O 是一种黄柏中常见的非法化工色素，被国际癌症研究所（IARC）列为人类致癌化合物，主要用于醋纤、棉织品的染色，和纸张、皮革、油漆等的着色。我国也早在 2008 年即被卫生部列为非食用物质，在中药材、中药饮片和中成药中均不得检出。国家食药总局发布的《中药材及中药饮片药品检验补充检验方法和检验项目批准件》中测定黄柏中金胺 O 采用编号为 2010003 的方法，利用薄层色谱法进行判断。

本研究基于 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统开发了黄柏中金胺 O 的快速检测方法，无需繁琐的样品前处理，1 步操作 1min 完成样品分析。

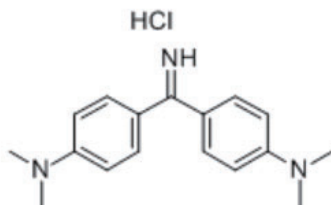


图 1 金胺 O 结构式

实验部分

1.1 仪器及材料

线性离子阱质谱仪（Thermo LTQ XL）；

MS-Mate（M2001）；

快速检测试剂包（含 PCS 试剂盒、微量固体取样器、快速检测专用溶剂-B02）；

1.2 分析条件

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：子离子扫描；

喷雾电压：4kv；

毛细管温度：30℃；

监测离子对和碰撞能量见表 1

表 1 监测离子对和碰撞能等参数

化合物中文名称	母离子	子离子	碰撞能
金胺 O Auramine O	268.1	147、107	32

1.3 实验方法

1.3.1 实验样品

金胺 O，CAS 2465-27-2，纯度 60%，J&K。准确称取 10mg 金胺 O 标准品于 10mL 容量瓶中，加甲醇溶解并定溶，配置成浓度为 600μg/mL 的金胺 O 储备溶液。使用时稀释至所需浓度。

市售某黄柏样品用剪刀剪碎后存于密封袋中，常温保存。

1.3.2 样品检测

用微量固体取样匙移取约一平勺黄柏样品，加载于 PCS 试剂盒样品窗口的纸基上，取 5 滴快速检测专用溶剂-B02 加载于溶剂窗口，而后将 PCS 试剂盒插入 MS-Mate 进样平台，供质谱测定。

实验结果

2.1 质谱图

市售某黄柏阳性样品一级全扫描质谱图及黄柏阳性样品二级扫描质谱图见图 2.1、图 2.2。

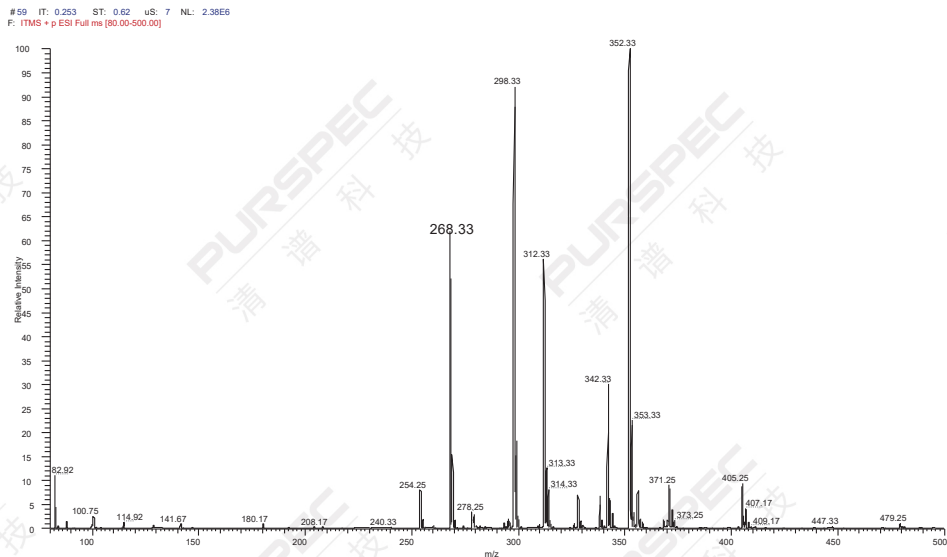


图 2.1 阳性黄柏样品一级全扫描质谱图

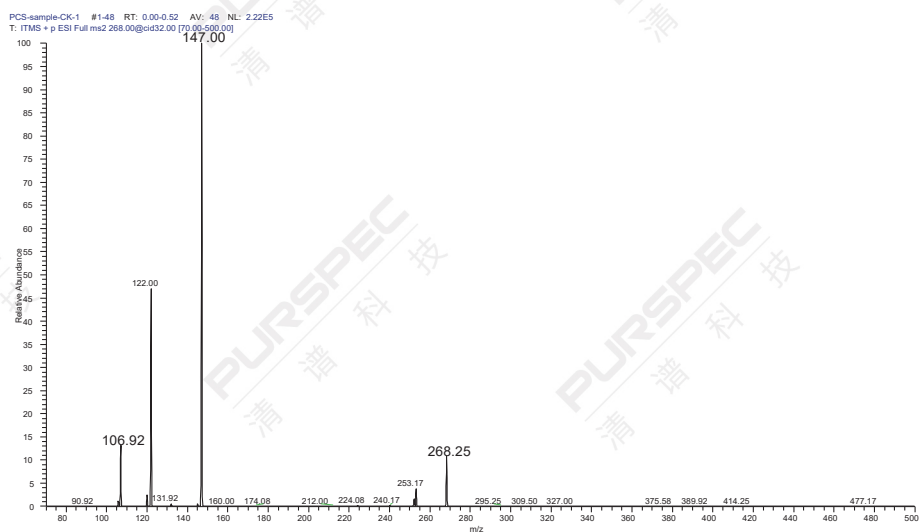


图 2.2 阳性黄柏样品二级扫描谱图

结论

本方法使用 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统建立了快速测定黄柏中金胺 O 的方法，该方法无需对样品进行前处理，无需繁琐的净化以及色谱分离，使用 PCS 试剂盒，可为快速完成黄柏中金胺 O 的定性检测提供了快速简单的解决方案。