

青黛中孔雀石绿染色假药的快速定性

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。据文献报道，市场上青黛中孔雀石绿的含量范围在几十到几百 mg/g 之间，

青黛，为爵床科植物马蓝、蓼科植物蓼蓝或十字花科植物菘蓝的叶或茎叶经加工制得的干燥粉末或团块，具有清热解毒，凉血消斑，泻火定惊等功效。主治温毒发斑、血热吐衄、小儿惊痫、口疮、喉痹，亦为中医常用吹喉散之主要成分。但在中药材市场中，掺假造假现象屡禁不止，其中染色掺伪尤为严重。而工业染料孔雀石绿是青黛主要的染色剂之一，孔雀石绿属于人工合成的三苯甲烷类工业染料，既是染料，也是杀真菌、细菌和寄生虫的药物，长期超量使用可致癌，无公害水产养殖领域国家明令禁止添加。

青黛的现行检验标准为《中国药典》2010 年版一部，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》中测定黄柏中孔雀石绿采用编号为 2011002 的方法，利用高效液相色谱法进行判断。

本研究基于 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统开发了青黛中孔雀石绿的快速检测方法，无需繁琐的样品前处理，1 步操作 1min 完成样品分析，本方法的检出限为 1μg/g。

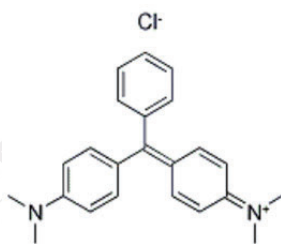


图 1. 孔雀石绿的结构式

实验部分

1.1 仪器及材料

线性离子阱质谱仪 (Thermo LTQ);

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-B01)。

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: 300℃;

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
孔雀石绿 Pigment Green 18	329	208、313	35

1.3 实验方法

1.3.1 实验样品

孔雀石绿，CAS 569-64-2。冷藏保存，使用时稀释至所需浓度。

阴性青黛样品存于密封容器中，常温保存。

1.3.2 样品检测

用微量固体取样器移取约一匀青黛粉末，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-B01 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。

实验结果与讨论

2.1 质谱图

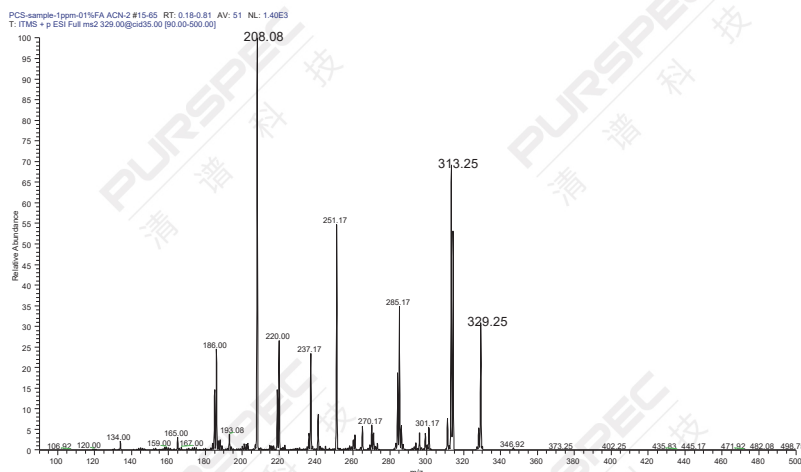


图 2.1 加标青黛中孔雀石绿 (1 μ g/g) 的二级扫描谱图

2.2 检出限

通过对阴性青黛样品加标的方式考察了本方法的检出限，以 S/N=3 计，本方法孔雀石绿的检出限为 1 μ g/g。

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青黛中孔雀石绿的方法，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，可为快速完成青黛中孔雀石绿的定性检测提供了快速简单的解决方案。