

空心胶囊中色素检测 HPLC 解决方案

1 前言

空心胶囊多由药用明胶加辅料精制而成的帽、体两节胶囊壳组成，主要用于盛装固体颗粒药物。如自制散剂、保健品、药剂等，为服用者解决了难入口、口感差的问题，真正实现了良药不再苦口。

为了区分方便、外表美观、达到避光等要求，常见空心胶囊多是添加了各种色素，做成五颜六色的。但胶囊中使用的色素多为人工合成色素，过量摄入会对身体造成一定的损伤。我国目前虽暂时没有统一的法规来规范空心胶囊中色素的使用，但随着国家和百姓对药品安全的日益重视，相关法规必将会逐渐颁布实施，胶囊中色素的检测必将会成为胶囊生产企业的重要检测项目之一。

大连依利特分析有限公司结合2015版药典及文献资料，对胶囊中色素检测方法进行了摸索和优化，推出胶囊中色素检测HPLC解决方案，供相关行业工作人员参考使用。

2 仪器设备与试剂

表1 空心胶囊中色素检测HPLC系配置

序号	名称	数量
1	P3100高压恒流泵	2台
2	UV3100紫外-可见检测器	1台
3	TP3100溶剂瓶托盘	1台
4	O3100柱温箱	1台
5	Chromsoft 色谱数据工作站	1套
6	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1只
7	ZJ-1阀支架	1个
8	TD-1-15型梯度混合器	1个
9	Supersil ODS2 5 μ m ID4.6 \times 250mm色谱柱	1支
10	EClassical 3100系统工具包	1套
11	500mL溶剂瓶（无色）	2个

注：或同等配置的其他型号高效液相色谱仪。

表2 检测所需试剂

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	柠檬酸	分析纯
3	聚酰胺粉(尼龙6)	过200 μm (目)筛
4	甲酸	分析纯
5	乙醇	分析纯
6	氨水	含量20%~25%
7	乙酸铵	分析纯
8	柠檬黄等10种色素标准品	百灵威
9	纯化水	自制

表3 样品前处理配置

序号	名称
1	pH计
2	恒温水浴锅
3	G3垂熔漏斗
4	天平:感量为0.001g和0.0001g

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶(10mL)、移液枪(0~1000 μL)、移液枪枪头(1mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针等若干。

3 实验方法

3.1 溶液配制

乙酸铵溶液(0.02mol/L): 称取1.54g乙酸铵,加水至1000mL,溶解,经0.45 μm 微孔滤膜过滤。

氨水溶液: 量取氨水2mL,加水至100mL,混匀。

甲醇-甲酸溶液(6+4, 体积比): 量取甲醇60mL, 甲酸40mL, 混匀。

柠檬酸溶液: 称取20g柠檬酸, 加水至100mL, 溶解混匀。

无水乙醇-氨水-水溶液(7+2+1, 体积比): 量取无水乙醇70mL、氨水溶液20mL、水10mL, 混匀。

pH为6的水: 水加柠檬酸溶液调pH到6。

pH为4的水: 水加柠檬酸溶液调pH到4。

混合对照品溶液: 分别称取柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、亮蓝、赤藓红、酸性红、喹啉黄、新红各5mg, 用水溶解, 配成水溶液0.5mg/mL, 将上述溶液按照1: 1比例混合。

3.2 样品前处理

1、称取0.5g胶囊外壳加入10mL水, 再加入200g/L柠檬酸调节pH值为6.0, 于60°C水浴中放置5min;

2、将2g聚酰胺粉中加入10mL水(pH=4)调成粥状, 倒入样品溶液中, 搅拌片刻, 以G3垂熔漏斗抽滤, 用60°C水(pH=4)洗涤3次, 每次10mL;

3、然后用甲醇-甲酸(6:4)的混合溶液10mL、5mL、5mL洗涤3次, 再用水洗涤至中性;

4、用乙醇-氨水-水(7:2:1)混合溶液解吸洗涤3次, 每次5mL, 洗至无色;

5、收集解吸液, 蒸发至近干, 加水溶解并定容至10mL, 经0.45 μ L微孔滤膜滤过。

3.3 色谱条件

色谱柱: Supersil ODS-B 5 μ m 4.6 \times 250mm

流动相: A-20mmol/L 乙酸铵溶液, B-甲醇; 梯度洗脱

流量: 1.0mL/min

进样体积: 10 μ L

检测波长: UV254nm

柱温: 35°C

4 实验结果

将样品提取液和合成着色剂标准使用液分别注入高效液相色谱仪, 根据保留时间定性, 外标峰面积法定量。

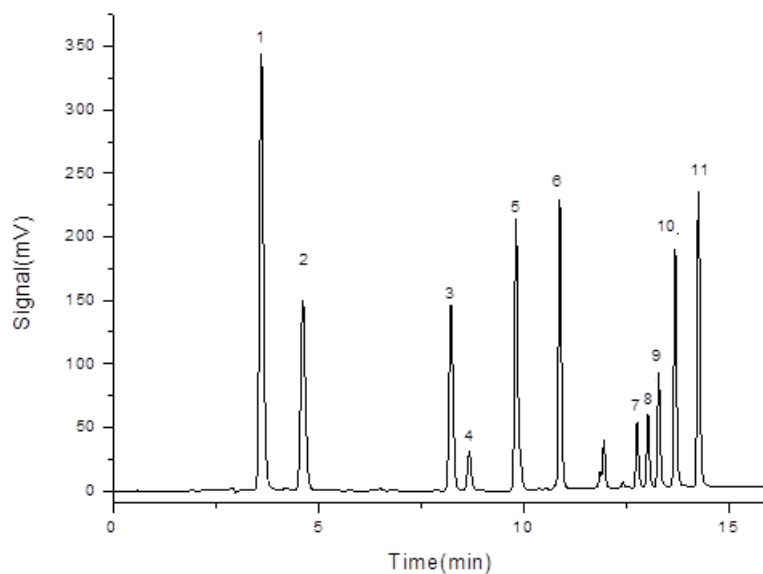


图1 合成色素标准品检测谱图

1.柠檬黄、2.苋菜红、3.胭脂红、4.喹啉黄-1、5.日落黄、6.诱惑红、7.喹啉黄-2、8.酸性红 87-1、
9.喹啉黄-3、10.酸性红 87-2、11.赤藓红

表 4 10 种色素混标的色谱图参数

峰号	名称	保留时间 (min)	不对称因子	分离度
1	柠檬黄	3.62	1.26	6.54
2	苋菜红	4.63	1.16	5.16
3	胭脂红	8.23	1.15	18.56
4	喹啉黄-1	8.68	1.08	2.53
5	日落黄	9.82	-	7.22
6	诱惑红	10.88	1.33	9.31
7	喹啉黄-2	12.77	1.21	7.01
8	酸性红 87-1	13.03	1.17	2.23
9	喹啉黄-4	13.29	1.23	2.15
10	酸性红 87-2	13.69	1.24	3.31
11	赤藓红	14.26	1.29	4.76

参考文献

- [1] GB 5009.35-2016 食品安全国家标准食品中合成着色剂的测定；
- [2] 《中国药典》2015版。

大连依利特分析仪器有限公司

www.eliteHPLC.com

公司地址：高新园区七贤岭学子街 2-2 号
公司电话：0411-84753333(总机)-转销售部
公司传真：0411-84732323
公司邮箱：info@eliteHPLC.com