

心可宁胶囊中酸性红 73 染色的定性检测

LC-239

摘要：本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪建立了心可宁胶囊中酸性红 73 染色的定性方法，心可宁胶囊经 70% 甲醇超声提取，采用 PDA 检测器在 509 nm 波长下检测酸性红 73 紫外吸收峰，样品中未检出目标物酸性红 73，心可宁胶囊加标样品在 RT=26.99 min 处检测到酸性红 73，理论塔板数为 14758，与酸性红 73 在 200-600 nm 光谱图比较，相似度为 99.95%，可判定为酸性红 73。该方法准确可靠，可为相关企业检测心可宁胶囊中酸性红 73 提供帮助。

关键词：高效液相色谱法 酸性红 73 心可宁胶囊

心可宁胶囊由丹参、三七、红花等中药材制成，具有活血散瘀、开窍止痛的作用，主要用于治疗心绞痛、冠心病等病症。据报道，近年来红花药材存在用酸性红 73 染色的现象。酸性红 73，是一种合成染料，主要用于羊毛、纸张、皮革以及塑料制品的染色，如果直接摄入人体会危害身体健康。

国家药监局此前发布了《心可宁胶囊中酸性红 73

检查项补充验方法（BJY 201901）》规定了酸性红 73 染色的定性测定方法。要求采用液相色谱法，以保留时间、PDA 光谱图信息对酸性红 73 进行定性识别。

本实验使用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，参考补充检验方法中的要求对心可宁胶囊中的酸性红 73 进行定性测定，该方法准确可靠，可为相关企业检测心可宁胶囊中酸性红 73 提供帮助

■ 实验部分

1.1 仪器

输液泵：LC-40B X3

系统控制器：CBM-40Lite

柱温箱：CTO-40S

检测器：SPD-M30A

自动进样器：SIL-40C X3

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.97

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18 (250 mm x 4.6 mm I.D., 5 μm, 岛津（上海）实验器材有限公司, P/N:227-30017-08)

流动相：A: 50 mm 乙酸铵水溶液； B: 乙腈

流速：1 mL/min

柱温：40℃

检测波长：509 nm

进样体积：10 μL

洗脱方式：等度洗脱，A:B=76:24

1.3 样品前处理

对照品溶液的制备：取酸性红 73 对照品适量，加 70% 甲醇制成每 1 mL 含 20 μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取心可宁胶囊内容物 4 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 20 mL，密塞，称定重量，超声处理 20 min，放冷，称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，过滤后取续滤液，即得。

1.4 结果判断

供试品色谱中，在与酸性红 73 对照品溶液色谱峰保留时间相应的位置上不得出现相同的色谱峰。若出现保留时间相同的色谱峰，采用二极管阵列检测器比较相应色谱峰在 200 nm—600 nm 波长范围内的紫外-可见吸收光谱，吸收光谱应不相同。（源自《心可宁胶囊中酸性红 73 检查项补充验方法（BJY 201901）》，国家药品监督管理局，2019 年 1 月）

■ 结果与讨论

2.1 标准品溶液色谱图

按 1.2 中的分析条件，对酸性红 73 标准品溶液进行测定，酸性红 73 的保留时间为 27.67 min，理论塔板数为 14758，系统适用性满足要求，酸性红 73 对照品、供试品溶液、供试品加标溶液色谱图如图 1、2、3 所示。供试品中未检出酸性红 73，供试品加标样品中可检出酸性红 73，因此可判定心可宁胶囊中不含酸性红 73，结果符合预期。

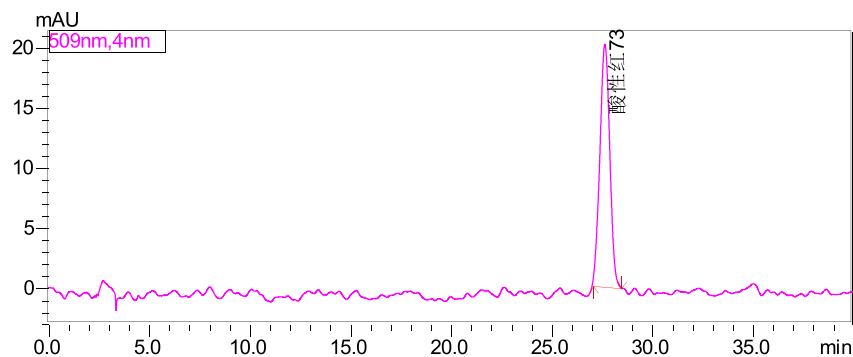


图 1 酸性红 73 对照品溶液色谱图 (20 $\mu\text{g/mL}$)

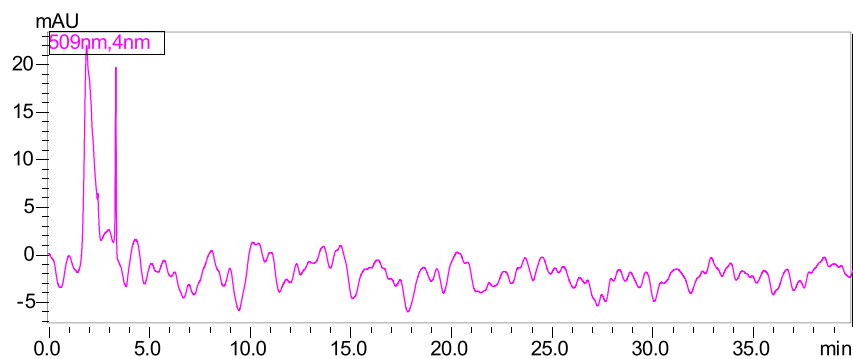


图 2 心可宁胶囊供试品溶液色谱图

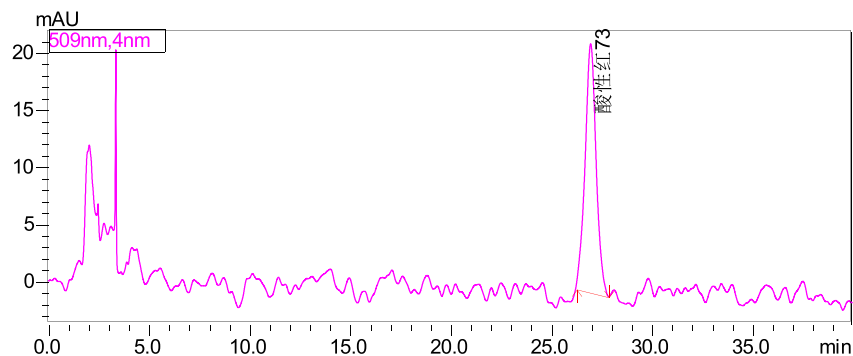


图 3 供试品加标溶液色谱图

2.2 光谱相似度判定结果

供试品加标溶液中酸性红 73 的保留时间为 26.99 min，与对照品溶液保留时间一致，酸性红 73 对照品和供试品加标样品对应色谱图的光谱图和相似度对比结果，如图 4、5 所示，其光谱相似度为 99.95%，光谱相似度高，可判定为酸性红 73。

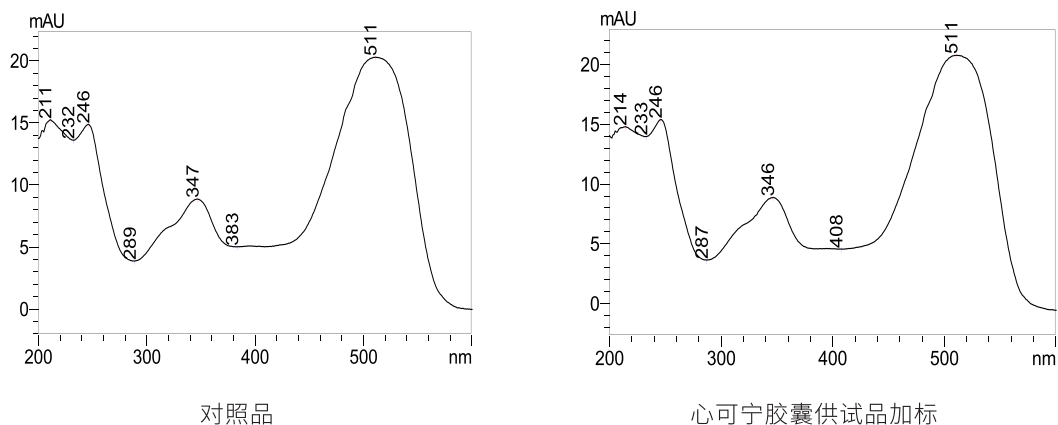


图 4 对照品、供试品加标样品光谱图

ID#	显示	对象	对象参数	比例	缩放倍率	λ_{max}	λ_{min}	相似度	Ch#
1	<input checked="" type="checkbox"/>	时间	26.98520	设置	1.00	511/246/214/346	233/408/287	0.9995	1
2	<input checked="" type="checkbox"/>	光谱	酸性红73.jcm	设置	1.00	511/211/246/347	232/383/289	Ref	

图 5 光谱相似度对比

2.3 检出限及定量限

对加标浓度为 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的心可宁胶囊供试品加标溶液进样分析，由信噪比计算酸性红 73 的检出限及定量限 (LOD, S/N=3; LOQ, S/N=10)，结果如表 1 所示。

表 1 酸性红 73 的检出限和定量限

名称	基质	检出限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	定量限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
酸性红 73	心可宁胶囊	1.8	6

■ 结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱系统，参考补充检验方法中的要求对心可宁胶囊中的酸性红 73 进行定性测定。该方法基于色谱保留时间、UV 光谱进行定性，准确度高，可为相关企业检测心可宁胶囊中酸性红 73 提供帮助。

岛津应用云

