

## HPLC-PDA 法检测正天丸和正天胶囊中 6 种非法添加色素

汪建君, 陈惠玲

厦门市药品检验所, 福建 厦门 361012

**摘要:** 目的 建立 HPLC-PDA 法测定正天丸和正天胶囊非法添加色素胭脂红、日落黄、诱惑红、赤鲜红、酸性红 73、金橙 II 的方法。方法 样品用 70%乙醇提取, 以乙腈-0.02 mol/L 醋酸铵梯度洗脱, PDA 检测器检测。结果 8 批正天丸和 4 批正天胶囊均未检出有胭脂红、日落黄、诱惑红、赤鲜红、酸性红 73、金橙 II。结论 本实验采用 HPLC-PDA 法检测正天丸和正天胶囊中 6 种非法添加色素, 方法简单、准确、快速、重复性好, 可为评价正天丸、正天胶囊的质量提供一定的参考。

**关键词:** HPLC-PDA; 正天丸; 正天胶囊; 色素

中图分类号: R927.1 文献标志码: A 文章编号: 1674-6376(2013)01-0051-03

DOI: 10.7501/j.issn.1674-6376.2013.01.013

## Determination of six pigments illegally added in Zhengtian Pill and Zhengtian Capsule by HPLC-PDA

WANG Jian-jun, CHEN Hui-ling

Xiamen Institute for Drug Control, Xiamen 361012, China

**Abstract: Objective** To establish a rapid determination of six pigments (coccinellin, sunset yellow, allura red, erythrosine, acid red 73, and Orange II) illegally added in Zhengtian Pill and Zhengtian Capsule. **Methods** The samples were extracted by 70% ethanol, gradient eluting with acetonitrile-0.02 mol/L ammonium acetate and then detected by PDA. **Results** No pigment was detected in Zhengtian Pill or Zhengtian Capsule. **Conclusion** This method is simple, accurate, rapid, and reproducible, and it could be used for evaluating the quality of Zhengtian Pill and Zhengtian Capsule.

**Key words:** HPLC-PDA; Zhengtian Pill; Zhengtian Capsule; pigment

正天丸是首创于 1985 年的复方中成药, 由中医治疗头痛四大古方(川芎茶调散、麻黄附子细辛汤、桃红四物汤、四藤消震饮)中的 15 味中药组成, 具有疏风活血、养血平肝、通络止痛等功效, 用于治疗中医的外感风邪、瘀血阻络、血虚失养、肝阳上亢引起的多种头痛和西医的偏头痛、紧张型头痛、颈源性头痛等多种类型头痛, 为国家基本药物。后在正天丸的基础上改造剂型, 研制成正天胶囊, 两者处方一致, 功效相近。

处方中红花为贵重药材, 具有活血通经、散瘀止痛之功效<sup>[1]</sup>。目前市场上红花染色现象较为普遍, 而用来染色的部分工业染料对人体的肝肾有毒副作用或有致畸、致癌、致突变作用<sup>[2-3]</sup>。为杜绝生产企业使用劣质的红花药材, 保证产品安全, 建立了正

天丸、正天胶囊中非法添加色素的探索性鉴别方法。经检验所有样品均未检出色素添加, 表明产品安全可靠。

### 1 仪器与试剂

Waters 2695 液相色谱仪, Waters 2998 二极管阵列检测器, Empower 色谱工作站; Mettler XS105 电子天平, Mettler AE200 电子天平; 和达超声波仪(厦门李氏和达超声波设备有限公司, 功率 300 W, 频率 28 kHz)。

诱惑红(Dr. Ehrenstorfer Lot 70905, 质量分数 80.0%); 赤鲜红溶液标准物质 [GBW (E) 100163 北京海岸鸿蒙标准物质技术有限责任公司, 111772, 1.00 mg/mL]; 酸性红 73(Dr. Ehrenstorfer Lot 90219, 质量分数 68.0%); 金橙 II (中国食品药品检定研究

收稿日期: 2012-11-23

基金项目: 正天丸、正天胶囊国家药品评价研究项目

作者简介: 汪建君(1982—), 男, 主管药师(执业药师), 本科, 研究方向为中药材及中成药质量评价。

Tel: (0592)5619842 E-mail: fxmyjs@126.com

院, 111769-200701, 质量分数 98.0%); 日落黄 (Dr. Ehrenstorfer Lot 90901, 质量分数 95.0%); 胭脂红 (Dr. Ehrenstorfer Lot 80807, 质量分数 75.0%)。甲醇、乙腈为色谱纯, 水为纯化水, 其余试剂均为分析纯。实验用红花、正天丸、正天胶囊由某医药股份有限公司提供。

## 2 方法和结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱为 Thermo Scientific BDS Hypersil C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 以 0.02 mol/L 醋酸铵为流动相 A, 乙腈为流动相 B, 按表 1 进行梯度洗脱; 柱温为 30 °C; 检测波长为 210~800 nm; 对照品

混合溶液进样量 10 μL、红花供试品溶液进样量 10 μL、正天丸供试品溶液进样量 80 μL、正天胶囊供试品溶液进样量 20 μL。

在此条件下, 提取 508 nm 波长处的色谱图, 对照品溶液中 6 种色素峰能达到较好分离。见图 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序

Table 1 Procedure of gradient elution in mobile phase

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0~15	95→70	5→30
15~30	70→35	30→65
30~35	35→95	65→5

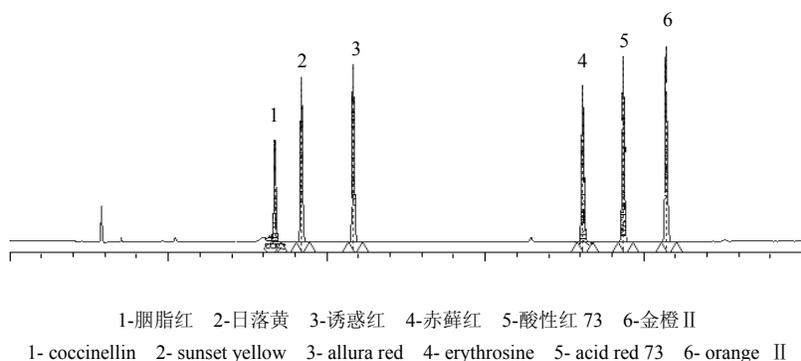


图 1 混合对照品溶液 HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatogram of mixed reference solution

### 2.2 对照品混合溶液的制备

取诱惑红 (5.19 mg)、赤藓红溶液 (5 mL)、酸性红 73 (5.18 mg)、金橙 II (5.10 mg)、日落黄 (5.10 mg)、胭脂红 (5.10 mg) 分别于 10 mL 量瓶中, 加 70%乙醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 再精密量取 6 种色素对照品溶液各 1 mL 至 10 mL 量瓶中, 加 70%乙醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 即得 6 种色素对照品的混合溶液。

### 2.3 供试品溶液的制备

取红花粉末 2 g、正天丸粉末 5 g、正天胶囊内容物 5 g, 分别精密加入 70%乙醇溶液 20 mL, 称定质量, 超声处理 (功率 300 W, 频率 28 kHz) 20 min, 再称定质量, 用 70%乙醇溶液补足质量, 摇匀, 离心, 取上清液, 滤过, 取续滤液, 即得。

### 2.4 专属性

取上述对照品混合溶液 1 mL 至 5 mL 量瓶中, 加正天丸供试品溶液或正天胶囊供试品溶液稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 进样 80 μL 或 20 μL, 提取 508 nm 波长处的色谱图, 先比较供试品色谱、

供试品加对照品色谱是否出现与对照品色谱保留时间一致的色谱峰, 再比较保留时间一致的色谱峰是否有相同的光谱图。结果供试品色谱未出现保留时间和光谱图都与对照品色谱一致的色谱峰, 供试品加对照品色谱均出现了保留时间和光谱图与对照品色谱一致的色谱峰, 表明该方法有良好的专属性。

### 2.5 检出限

精密量取对照品混合溶液 2 mL 至 100 mL 量瓶中, 加 70%乙醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 再精密量取 5 mL 至 25 mL 量瓶中, 加 70%乙醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 进样 10 μL, 提取 508 nm 波长处的色谱图, 得 6 种色素的信噪比约为 5。计算红花中诱惑红、赤藓红、酸性红 73、金橙 II、日落黄、胭脂红的检出限分别为 1.7、2.0、1.4、2.0、1.9、1.5 μg/g。计算正天丸中诱惑红、赤藓红、酸性红 73、金橙 II、日落黄、胭脂红的检出限分别为 0.083、0.10、0.070、0.10、0.097、0.076 μg/g。计算正天胶囊中诱惑红、赤藓红、酸性红 73、金橙 II、日落黄、胭脂红的检出限分别为 0.033、0.40、0.28、0.41、0.39、0.31 μg/g。

## 2.6 供试品的测定

取红花样品(3批次)、正天丸样品(8批次)、正天胶囊(4批次),按“2.3”项下方法制备供试品溶液,测定。结果15批样品均未检出诱惑红、赤藓红、酸性红73、金橙II、日落黄、胭脂红。

## 3 讨论

本实验所检测的6种色素均为水溶性或醇溶性色素,且染色剂都染色在饮片的表面,因此选择70%乙醇作为提取溶剂,超声20 min,方法操作简单。

测定的6种色素均在480~530 nm有最大吸收,根据各对照品在液相上的响应值,选择508 nm作为检测波长。

从检验结果来看,某医药股份有限公司提供的红花、正天丸、正天胶囊中,诱惑红、赤藓红、酸性红73、金橙II、日落黄、胭脂红均未达到检出限,说明该公司在采购红花原料药时,把关严格,为生产合格的正天丸、正天胶囊提供有力保障。

## 参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] 卢士英, 邹明强. 食品中常见的非食用色素的危害与检测 [J]. 中国仪器仪表, 2009, (8): 45-50.
- [3] 王建伟, 梁焯琼. 食品中对位红等禁用染料检测方法的研究及最新进展 [J]. 食品安全导刊, 2009, (7): 40-41.