

应对空心胶囊 Cr 检测的解决方案

随着更多使用超标 Cr 限度空心胶囊辅料的制药企业被陆续曝光，国家食品药品监督管理局将进一步加大对涉明胶的企业监管力度。凡药用明胶、胶囊和胶囊制剂药品生产企业必须对购进的原辅料和销售的产品逐品种、逐批次进行 Cr 限度严格检验。并且相关企业在 2012 年 10 月之前完成胶囊 Cr 元素检测的能力建设，不得通过送检来达到要求。

作为明胶与空心胶囊制造企业，相信您正在寻找整套解决方案来完成国家要求的检测 Cr 限度能力建设；

明胶类药品食品相关检测规范：

2010 版中国药典——明胶空心胶囊质量标准

中华人民共和国轻工业标准——药用明胶 QB 2354—2005

中华人民共和国轻工业标准——食用明胶 QB 4087—2010

食品安全国家标准——食品中铬的测定 GB 5009.123—201x 征求意见稿

山东省地方标准——食品中铬的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法 DB37/T 1092

—2008

应对明胶类食品药品Cr检测仪器配置：



明胶空心胶囊中 Cr 含量石墨炉原子吸收分析标准操作规程

1. 范围

本规程提供了明胶空心胶囊壳中Cr含量的原子吸收检测方法。

2. 参考标准

2010版《中国药典》——明胶空心胶囊

3. 原理

样品经微波消解后，采用石墨炉原子吸收测定明胶空心胶囊中Cr含量。

4. 仪器设备

4.1 PinAAcle 900T原子吸收光谱仪

4.2 Anton Paar Multiwave 3000微波消解仪

4.3 分析天平：精度0.0001

4.4 SPB 50-24样品消解器（Part No. N9308019）

4.5 50mL 聚丙烯离心管（Part No. B0193234）

5. 试剂和标样

5.1 超纯水(Millipore[®], Milford,MA, USA)

5.2 浓硝酸（苏州晶瑞化学有限公司）

5.3 氢氟酸（苏州晶瑞化学有限公司）

5.4 Cr标准溶液（Part No. N9300173）

6. 样品制备

称取0.2g样品于微波消解罐中，加入 2mL HNO₃、2mL HF，置于微波消解仪中按如下程序进行消解。

Table 1 Multiwave 3000 胶囊壳样品消解程序

Power	Ramp Time	Hold Time	Fan
600W	5:00	10:00	1
1000W	10:00	15:00	1
0	00:00	15:00	3

消解结束后，将消解罐取出，置于样品消解器上进行赶酸，赶酸至样品溶液小于1 mL后，转移定容至20 mL。同法准备试剂空白。



Figure 1 SPB 50-24 样品消解器(Part No. N9308019)



Figure 2 50mL 聚丙烯离心管(Part No. B0193234)

7. 仪器分析

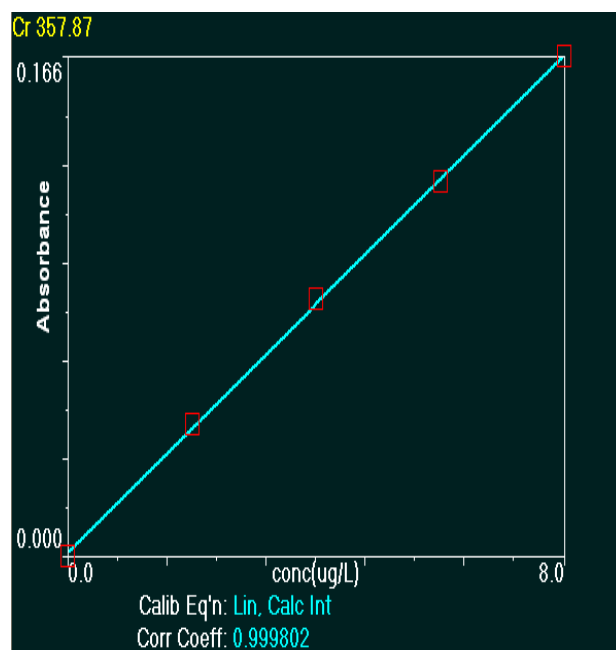
Table 2 PinAAcle 900T 石墨炉测定胶囊壳中 Cr 分析条件

波长(nm)	357.87
狭缝(nm)	0.7
灯电流(mA)	10
信号类型	AA-BG
信号计算	峰面积
积分时间(s)	6
储备标样浓度 (μg/L)	10
校准标样浓度 (μg/L)	2,4,6,8
基体改进剂	0.3% Mg(NO ₃) ₂ , 5μL
样品体积(μL)	20
稀释液体积(μL)	10

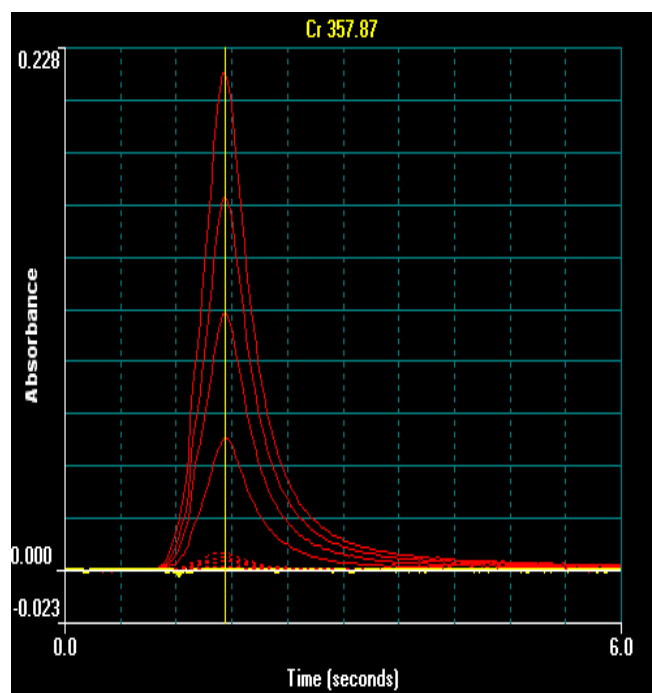
Table 3 PinAAcle 900T 分析胶囊壳中 Cr 石墨炉升温程序

Furnace Program						
Step #	Temp (C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	GasType	
1	110	5	30	250	Normal	
2	130	15	30	250	Normal	
3	1000	10	20	250	Normal	
4	2500	0	6	0	Normal	
5	2550	1	5	250	Normal	
6						
7						
8						

校准曲线:



标准谱图:



————SOP END————