

TLC、HPLC 法检查消渴灵片中加入盐酸苯乙双胍

★ 张美雯 许江红 张若良 (江西省赣州市食品药品监督管理局 赣州 341000)

关键词:消渴灵片;盐酸苯乙双胍;TLC;HPLC

中图分类号:R 284.1 文献标识码:B

消渴灵片,收载于《中国药典》2005年版一部,含地黄、五味子、麦冬、牡丹皮等十一味中药成分,具有益气养阴、清热泄火、生津止渴的功效;用于气阴两虚所致的消渴病,适用于2型轻型、中型糖尿病患者,是一种常用的降糖中成药。我们经抽样检验发现,某厂家在市场上销售的消渴灵片中可能掺有西药降糖成分盐酸苯乙双胍,笔者经过实验摸索,建立了检查消渴灵片中加入盐酸苯乙双胍的TLC、HPLC检验方法。

1 仪器与试剂

仪器:Waters高效液相色谱仪(515泵、2487紫外检测器、Millennium32色谱工作站)BP211D型电子天平;消渴灵片为抽检样品;所用药材为本所检验合格的药材;盐酸苯乙双胍对照原料(经本所检验合格,含量为99.6%);甲醇为色谱纯,水为重蒸馏水,其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 TLC法

2.1.1 溶液的配制 对照品溶液:精密称取盐酸苯乙双胍对照原料约25 mg,置25 ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

供试品溶液:取本品8片,研细,置具塞锥形瓶中,加甲醇10 ml,超声10分钟,滤过,取滤液作为供试品溶液。

阴性样品溶液:按处方制备工艺配制样品,同供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。

阳性对照溶液:取对照品溶液、供试品溶液等体积混匀,即得。

2.1.2 实验结果 取上述四种溶液各5 μ l,分别点于层析用色谱纸上,以乙酸乙酯-乙醇-水(9:4.5:1.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以显色剂(10%铁氰化钾1 ml,加10%亚硝基铁氰化钠溶液与10%氢氧化钠溶液各1 ml,摇匀,放置15分钟,加水10

ml与丙酮12 ml,混匀),检视,结果:供试品溶液与阳性对照溶液检出盐酸苯乙双胍,阴性样品溶液无干扰。

2.2 HPLC法

2.2.1 色谱条件 色谱柱:PhenomenexC18(25 mm \times 4.6 mm, 5 μ m);流动相:甲醇-0.05 mol/l醋酸铵溶液(用冰醋酸调pH值至4.5)(40:60);流速:1.0 ml/min;检测波长:235 nm;柱温:30 $^{\circ}$ C。理论板数按盐酸苯乙双胍峰计算应不低于3 000。

2.2.2 溶液制备 对照品溶液:精密称取盐酸苯乙双胍对照原料12.52 mg,置50 ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

供试品溶液:取本品10片,研细,精密称取约1片的重量,精密加流动相25 ml,振摇使盐酸苯乙双胍溶解,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

阴性样品溶液:取TLC方法项下的阴性样品,同2.2.2供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。

阳性对照溶液:取供试品溶液与对照品溶液等体积混匀,即得。

2.2.3 检出限 取盐酸苯乙双胍的溶液,逐次用流动相稀释10倍进样10 μ l测定,结果当进样浓度为25 μ g/ml,测得信噪比为3:1,检出限为0.25 ng。

2.2.4 实验结果 分别取对照品溶液、供试品溶液、阴性样品溶液和阳性对照溶液各10 μ l,按上述色谱条件测定,结果:供试品溶液、阳性对照溶液检出盐酸苯乙双胍,阴性样品溶液无干扰。

3 讨论

本文中所以要使用的盐酸苯乙双胍对照品,因目前市面上购买此品种较困难。因此本文采用盐酸苯乙双胍原料来作为对照。

本所将样品送至江西省食品药品监督管理局进行LC/MS实验,结果样品检出盐酸苯乙双胍。

(收稿日期:2008-09-20)