

保健食品中降糖药物盐酸二甲双胍的测定

孙立宏 (天津市宁河区药品检验所, 天津 301500)

摘要 **目的:** 建立测定保健食品莱迪康胶囊中化学药品盐酸二甲双胍的方法。**方法:** 采用经典 UV-紫外分光光度法, 检测波长 233 nm。**结果:** 盐酸二甲双胍被测溶液浓度在 $4.22\sim 8.80 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好 ($r=0.9999$, $n=6$), 加标回收率为 100.69%, RSD 为 0.41%。**结论:** 本方法快速、准确、灵敏度高、重复性好, 可作为该保健食品中添加化学药品盐酸二甲双胍的有效分析方法。

关键词: 保健食品; 化学药物添加; 盐酸二甲双胍; 检测方法; 紫外分光光度法

中图分类号: TS218; R917 文献标识码: A 文章编号: 1002-7777(2017)01-0079-03
doi:10.16153/j.1002-7777.2017.01.015

Determination of the Hypoglycemic Drug Metformin Hydrochloride in Health Food

Sun Lihong (Tianjin Ninghe Institutes of Drug Control, Tianjin 301500, China)

Abstract Objective: To develop a determination method for metformin hydrochloride in the health food Laidi kang capsule. **Methods:** The classical ultraviolet UV-spectrophotometric method was used and the detection wavelength was 233 nm. **Results:** Metformin hydrochloride concentration in the test solution showed a good linear relation within the range of $4.22\sim 8.80 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ($r=0.9999$, $n=6$), the standard addition recovery rate was 100.69%, and RSD was 0.41%. **Conclusion:** This testing method is rapid, accurate, with high sensitivity and good repeatability, and can be used as an effective analytic method for the metformin hydrochloride added in health food.

Keywords: health food; chemical drug addition; metformin hydrochloride; detection method; UV spectrophotometry

莱迪康胶囊为保健品, 标识主要原料为苦瓜提取物、茶多酚、吡啶甲酸铬; 功效成分及含量有茶多酚 6.3 g、总皂甙 0.756 g、吡啶甲酸铬 82.9 mg (每 100 g); 保健功能为辅助降血糖。据患者反映服用此种保健品后降糖效果明显, 疑似添加了化学药品, 为此建立方法予以检测。目前, 在检测保健食品中添加化学降糖药物的分析方法方面已有许多文献报道, 主要方法有近红外色谱法、薄层色谱法、UPLC/MS/MS、HPLC/MS/MS、表面增强拉曼光谱法等^[1-6]。笔者建立紫外分光光度法, 对该保健品中添加的盐酸二甲双胍进

行含量测定; 并运用薄层色谱、化学鉴别和紫外分光光度法, 对非法添加成分进行定性试验。

1 仪器与试剂

岛津 UV-2401PC 紫外分光光度计 (日本岛津); 电子天平 (日本岛津, AB265-S)。

莱迪康胶囊, 标示上海融发生物科技有限公司授权出品 (批号: 100702; 许可证号: 国食健字 G20050617; 市售, 1 瓶。); 盐酸二甲双胍对照品 (中国食品药品检定研究院, 批号: 100664-201203, 供含量测定用); 亚硝基铁氰化钠、铁氰化钾、氢氧化钠均为分析纯。硅胶 GF254 薄层板

(烟台市化学工业研究所, 批号: 120524)。

2 方法与结果

2.1 鉴别

2.1.1 薄层色谱^[7]

取样品约相当于平均粒重, 加甲醇20 mL, 超声(功率: 500 W, 频率: 40 kHz) 5 min, 滤过, 取滤液5 mL, 挥干至1 mL, 作为供试品溶液。另取对照品适量, 加甲醇制成每1 mL含1 mg的对照品溶液。取对照品溶液、供试品溶液各10 μ L, 分别点于同一硅胶GF254薄层板上, 以乙酸乙酯-甲醇-水-冰乙酸(6:1:0.5:0.5)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 在254 nm紫外光波长下, 供试品与对照品相同位置上显相同颜色的紫色斑点; 喷以10%亚硝基铁氰化钠-1%铁氰化钾-10%氢氧化钠溶液的等量混合溶液, 日光下展示。供试品色谱中, 在与对照品相应的位置上显相同颜色的淡红色斑点。与国家食品药品监督管理局药品检验补充检验方法和检验项目批准件规定的降糖类中成药中非法添加化学药品的补充检验方法及结果相同。见图1。

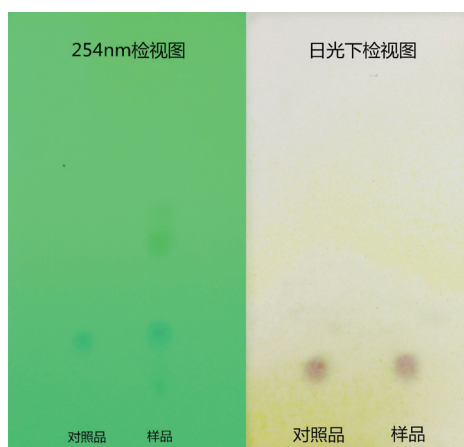


图1 薄层色谱图

2.1.2 化学鉴别^[8]

取样品约0.15 g, 加水10 mL, 加10%亚硝基铁氰化钠溶液-铁氰化钾试液-10%氢氧化钠溶液(等体积混合, 放置20 min使用) 10 mL, 3 min内显红色。与《中国药典》2015年版结果相同。

2.1.3 紫外分光光度法^[8]

取含量测定项下供试品溶液, 做波长扫描。结果显示, 本品在232.70 nm波长处有最大吸收; 符合《中国药典》2015年版盐酸二甲双胍胶囊项下鉴别(2)的规定。

2.2 含量测定

2.2.1 溶液的制备^[8]

精密称取样品0.1526 g, 置250 mL量瓶中, 加水至刻度以下, 超声(功率: 500 W, 频率: 40 kHz) 15 min, 放凉, 加水至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液20 mL, 精取续滤液5 mL, 置25 mL量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 精密量取2 mL, 置25 mL量瓶中, 加水至刻度, 即得供试品溶液。

精密称取盐酸二甲双胍对照品20 mg, 置200 mL量瓶中, 加水适量, 超声(功率: 500 W, 频率: 40 kHz) 15 min, 放凉, 加水至刻度, 摇匀, 精密量取5 mL, 置100 mL量瓶中, 加水至刻度, 配成每1 mL含5 μ g的对照品溶液。

2.2.2 样品测定

采用对照品比较法, 上述溶液分别在233 nm波长处测定吸收度值, 含量测定结果: 样品中含盐酸二甲双胍为0.21 g/粒。

2.2.3 方法验证

2.2.3.1 精密度试验

取对照品溶液, 重复测量5次, 测得盐酸二甲双胍的吸收度平均值为0.402, RSD=0.1%, 表明精密度良好。

2.2.3.2 重复性试验

取供试品溶液, 平行测定5次, 测得吸收度平均值为0.517, RSD=0.05%, 表明重复性良好。

2.2.3.3 稳定性试验

取同一供试品溶液, 分别于配制后0、3、6、9、12、24 h测定, 测得吸收度RSD=0.10%, 表明在24 h内供试品溶液稳定。

2.2.3.4 线性关系考察

精密称取盐酸二甲双胍对照品110.00 mg, 置250 mL量瓶中, 加水适量, 超声(功率: 500 W, 频率: 40 kHz) 15 min, 放凉, 加水至刻度, 摇匀, 精密量取5 mL, 置25 mL量瓶中, 加水至刻度, 摇匀; 精密量取1、1.2、1.5、2、2.2、2.5 mL, 分别置25 mL量瓶中, 加水至刻度, 在233 nm波长处测定。以样品浓度为横坐标, 以测得的吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线(见图2), 得回归方程:

$$Y=0.0806X-1.498 \times 10^{-3} \quad r=0.9999$$

结果表明, 盐酸二甲双胍浓度在4.22~8.80 μ g \cdot mL⁻¹范围内与测得的吸光度值线性关系良好。

2.2.3.5 回收率试验

考虑到紫外吸收度测量值在0.3~0.7误差较小, 据此设计回收率试验。取“2.2.3.4”节中浓

度分别为3.52、5.28 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液, 加入到含1.61 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 盐酸二甲双胍的供试品溶液中, 分别测定, 计算回收率, 结果见表1。

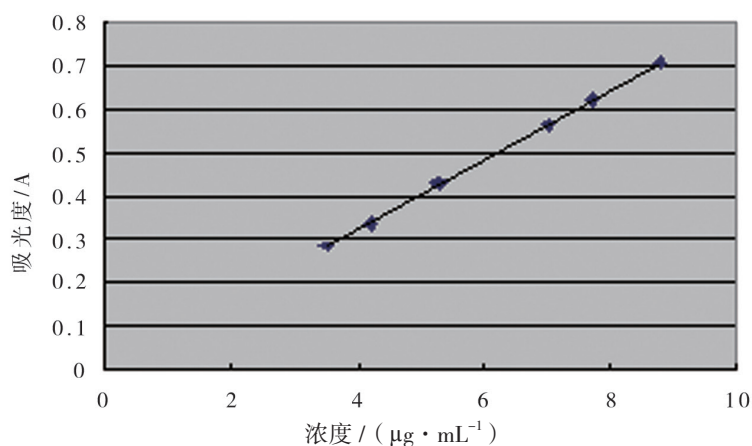


图2 线性关系图

表1 回收率试验结果

样品含量 / ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	添加 / ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	测试值 / ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	回收率 / %	平均回收率 / %	RSD / %
1.61	3.52	5.18	100.97		
1.61	3.52	5.20	101.36		
1.61	3.52	5.23	101.94	100.69	0.41
1.61	5.28	6.91	100.29		
1.61	5.28	6.87	99.71		
1.61	5.28	6.88	99.85		

3 讨论

本文的含量测定是参照《中国药典》2015年版盐酸二甲双胍胶囊中的方法而设计。此方法灵敏度高、分析快速。能够准确地从保健食品莱迪康胶囊中检出添加的化学成分。

【致谢：本文感谢天津市蓟县药品检验所李忠副主任药师的帮助与支持！】

参考文献：

- [1] 戴冬艳, 华杰, 朱静毅, 等. 近红外快速鉴别保健品中非法添加盐酸丁二胍的方法[J]. 海峡药学, 2013, 25(12): 79-81.
- [2] 张宏莲, 李莉, 许风, 等. 薄层色谱法检测降糖中药及保健品非法添加的双胍类成分[J]. 科技创新导报, 2013, 12(3): 252-253.
- [3] 魏清芳, 王嘉林. 液相色谱-串联四极杆质谱测定中药

及保健品中非法添加8种化学降糖药[J]. 中国药事, 2011, 25(1): 70-72.

- [4] 隋海山, 王立娟, 戚威. HPLC-MS/MS法检测中成药和食品中违法添加的10种降糖类物质[J]. 中国医药指南, 2016, 14(1): 36-37.
- [5] 顾雪中. UPLC/MS/MS检测好康舒胶囊中非法添加降糖类化学药物[J]. 中国药师, 2016, 19(7): 1387-1391.
- [6] 王琳, 王雪, 田静秒, 等. 表面增强拉曼光谱检测保健品中的盐酸吡咯列酮, 盐酸罗格列酮与盐酸苯乙双胍[J]. 食品工业科技, 2016, 37(13): 295-298.
- [7] 批准件编号2009029 国家食品药品监督管理总局药品检验补充检验方法和检验项目批准件[S]. 2009: 1-2.
- [8] 中国药典: 二部[S]. 2015: 859-862.

(收稿日期 2016年8月2日 编辑 王雅雯)