

高效液相色谱法定性定量分析琥珀安神丸中的地西洋

李卓¹, 杨学军² (1. 南华大学附一医院, 湖南 衡阳 421001; 2. 衡阳市药品检验所, 湖南 衡阳 421001)

摘要: 目的 定性定量分析琥珀安神丸中添加的地西洋。方法 采用高效液相色谱法, 以甲醇-水(70:30)为流动相, C_{18} 为固定相, 流速 1.0 mL/min, 在 254 nm 波长处进行定性定量分析。结果 供试品中检出地西洋, 其含量分别为 0.0647 g/丸 (RSD = 0.11%, $n=5$); 0.0639 g/丸 (RSD = 0.13%, $n=5$)。结论 该方法简便、准确, 专属性好, 为揭露打击中成药中擅自添加西药成分的违法行为提供有力技术依据。

关键词: 琥珀安神丸; 地西洋; 高效液相色谱法; 分析

Analysis on the Valium added in Hupoanshen pills by HPLC

LI Zhuo¹, YANG Xue-jun² (1. The Nanhua University Attached NO. 1 Hospital, Hengyang 421001, China; 2. Hengyang Institute for Drugs Control, Hengyang 421001, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE Analysis on the Valium added in Hupoanshen pills. **METHODS** C₁₈ Column was with the mixture of metanol-water (70:30) as the mobile phase at a flow rate 1.0 mL/min with the detection wavelength at 254nm. **RESULTS** The Valium can be examined in the Hupoanshen pills which was applied to exam, and their detenninations were 0.0647g/pill (RSD = 0.11%, n = 5) and 0.0639g/pill (RSD = 0.13%, n = 5). **CONCLUSION** The method proved to be simple, accurate, specific and offered evidences of western medicines added lawlessly in Chinese patent medicines for hypoglycemic and antirrhinitis.

KEY WORDS: Hupoanshen pills; valium; HPLC; analysis

地西洋为苯二氮卓类抗焦虑药,对焦虑性失眠疗效极佳。由于此药特殊的用途,一直成为不法分子制假售假的目标,常被人添加到一些具有育阴养血、补心安神功效的中药制剂中,此现象呈在有关文献报道^[1-2]。为了加强药物监督管理的力度,即时打击违法行为,确保人民用药的安全,我们抽验了吉林某药厂生产的琥珀安神丸二批,经检验结果发现此药中确实添加了地西洋,现将抽验结果以及所建立的定性定量分析方法介绍如下。

1 材料与仪器

LC2000 型高效液相色谱仪, UV2000 型紫外分光光度检测器; 电子天平 BP-211D; 地西洋对照品(115-9302)中国生物制品检定所; 琥珀安神丸为吉林某药厂生产; 甲醇为色谱纯试剂; 水为纯化水; 丙酮为分析纯试剂。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱条件: 色谱柱 phenomexC₁₈ (4.6mm × 250mm, 5μm); 流动相: 甲醇-水(70:30); 流速为 1.0mL/min; 检测波长为 254nm; 进样量为 20μL。

2.2 定性分析

2.2.1 对照品溶液的制备 称取地西洋对照品适量, 置 25mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取琥珀安神丸 1 丸, 切碎, 加丙酮 10mL, 超声处理 10min, 滤过, 取滤液挥干, 加甲醇 10mL 溶解, 用微孔滤膜(0.45μm)滤过, 即得。

2.2.3 HPLC 法定性分析 取对照品溶液, 供试品溶液, 按 HPLC 方法进样, 结果地西洋对照品的出峰时间为 6.59min; 供试品(抽验药物)中同样发现在 6.59min 出峰的色谱峰, 并且此峰与其他杂质峰能得到较好分离。

2.2.4 国家标准法^[3]定性分析 收集供试品溶液 HPLC 法中于 6.59min 出峰时的分离液, 加硫酸 3mL, 振摇, 在紫外灯(365nm)下检视, 呈黄绿色荧光, 呈地西洋的阳性反应。收集供试品溶液 HPLC 法中于 6.59min 出峰时的分离液, 滴加稀碘化铋钾试液, 即生成橙红色沉淀, 呈地西洋的阳性反应。

2.2.5 结合 HPLC 法, 国家标准法定性分析结果, 可以判断

抽验药品中的确存在地西洋成分。

2.3 定量分析

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称取地西洋对照品 0.0011g, 置 50mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 取上清液 2.0mL 置 5mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得对照溶液。

2.3.2 供试品溶液的制备 取琥珀安神丸 1 丸, 切碎, 加丙酮 25mL, 超声处理 15min, 滤过, 滤渣及滤器用丙酮 10mL 分次洗涤, 洗液并入滤液中, 置水浴上蒸干, 残渣用甲醇分次洗入 10mL 量瓶中, 并用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45μm)滤过, 得续滤液即得供试品溶液。

2.3.3 HPLC 法测定供试品含量 以甲醇-水(70:30)为流动相, C₁₈ 为固定相, 流速 1.0mL/min, 在 254nm 波长处进行定量分析供试品中所添加的地西洋的含量。取对照品溶液, 供试品溶液各 20μL, 分别注入高效液相色谱仪中, 记录色谱图, 以峰面积外标法计算二批供试品中每丸琥珀安神丸中添加的地西洋的量分别是 0.0647g (RSD = 0.11%, n = 5), 0.0639g (RSD = 0.13%, n = 5)。

3 小结

3.1 根据 HPLC 法与国家标准法的定性分析结果, 证明抽验的琥珀安神丸中存在地西洋成分, 而质量标准中不含有地西洋成分, 是厂家人为添加的, 属于制假药类违法行为。

3.2 本实验通过比较样品和对照品色谱保留时间和峰纯度检查及国家标准法的验证, 确保了分析结果的准确性, 整个分析方法简便快速, 能为此类假药的查处提供有力的技术参考依据。

3.3 地西洋是属于苯二氮卓类抗焦虑药, 对焦虑性失眠疗效极佳, 但长期应用可致耐受与精神依赖性, 突然停药有戒断症状出现, 剂量过大及长期应用蓄积所产生的肝毒性较大, 新生儿、哺乳期妇女、孕妇忌用。根据定量分析结果可知二批样品所含地西洋的量约为 65mg/丸, 64mg/丸, 若此类假药一旦在临床使用, 则地西洋的剂量较大, 将存在着较严重的潜在危险性。

3.4 对此类违法行为打击的对策应是加大监管力度, 完善

质量标准,加强法律规范和道德教育,确保老百姓用上“放心药”,促进我国医药经济的健康发展。

3.5 至于地西洋与琥珀安神丸中的有效成分之间的药物相互作用有待于进一步的研究。

参考文献

[1] 张穗,薛漓,张涛,等.降血糖和治鼻炎中成药中擅自添加西药

的检测.中国药品标准,2003,4(6):37-39.

[2] 朱斯幸.“补肾,壮阳”类保健品中添加违禁药品枸橼酸西地那非的调查与分析.中国药事,2004,18(2):125-126.

[3] 中国药典[S].2005年版二部.

收稿日期:2005-06-18