

快速判定某降糖保健品中是否含有苯乙双胍的应用案例

前言

苯乙双胍（Phenformin），民间称为“降糖灵”，因其降糖效果显著，被不法商家非法加入到一些所谓的“降糖神奇中药”中以增强降糖作用，为患者带来严重的安全隐患。

据报道，2009 年新疆地区发生了两名糖尿病患者因服用降糖药死亡事件，经检验，该降糖药非法添加“格列苯脲”与“格列吡嗪”，其中格列苯脲含量竟高达 12.3mg。同时，苯乙双胍也经常被检出，其日服药剂量高达 16~144 mg。

CFDA于2006年发布的药品检验补充检验方法：液质联用（HPLC-MS/MS）分析鉴定苯乙双胍、格列吡嗪及格列苯脲的补充检验方法（批准件编号2006005）。

该方法通过对药品样品进行有机溶剂提取，离心分离后取上清液进行色谱-质谱分析。另外还有薄层色谱法（TLC），相对成本低。但两者均为实验室方法，检测周期长。目前快检方法主要是采用拉曼光谱，可进行现场快速检测，但也存在检测灵敏度低以及会产生荧光干扰现象等问题随着仪器的快速更新和发展，需要不断研究并建立一种高灵敏度、高准确度、高通量和低成本检测非法添加苯乙双胍的方法。本研究基于 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统开发了某保健品中苯乙双胍的快速检测方法，无需繁琐的样品前处理，简单操作即可完成样品定性分析。

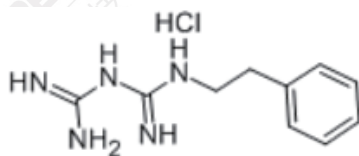


图1 苯乙双胍结构式

实验部分

1.1 仪器及材料

线性离子阱质谱仪（Thermo LTQ）；

MS-Mate（M2001）；

快速检测试剂盒（含 PCS 试剂盒、微量液体取样器、快速检测专用溶剂-A01）。

1.2 分析条件

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：子离子扫描；

喷雾电压：4kv；

毛细管温度：30℃；

监测离子对和碰撞能量见表 1

表 1 监测离子对和碰撞能等参数

化合物中文名称	母离子	子离子	碰撞能
苯乙双胍 Phenformin	206	60、105、164、189	29

1.3 实验方法

1.3.1 实验样品

苯乙双胍，CAS 114-86-3。冷藏保存，使用时稀释至所需浓度。

阳性样品，某降糖类保健品（胶囊），样品存于密封容器中，常温保存。

1.3.2 样品检测

用微量液体取样器移取待测样品，加载于 PCS 试剂盒样品窗口的纸基上，而后加载 5 滴快速检测专用溶剂-A01 加载于溶剂窗口，而后将 PCS 试剂盒插入 MS-Mate 进样平台，供质谱测定。

实验结果

某不合格阳性降糖保健品中苯乙双胍一级和二级扫描谱图见图 2，图 3。

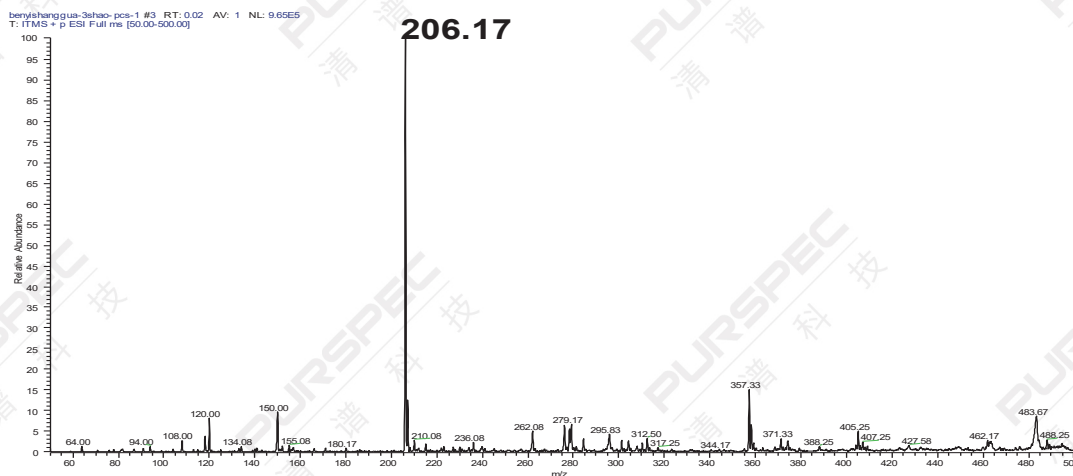


图 2 阳性样品中苯乙双胍一级全扫描谱图

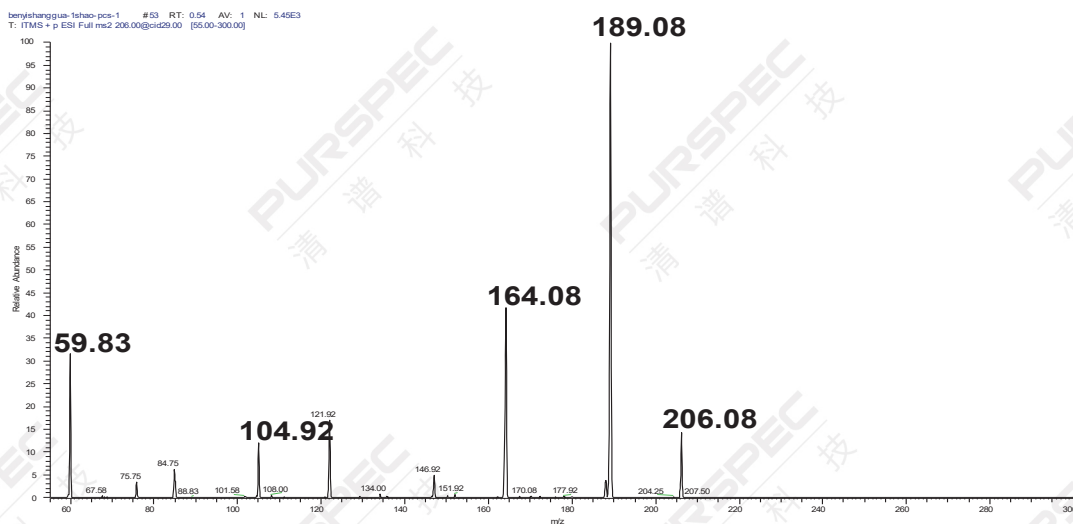


图 3 阳性样品中苯乙双胍二级子离子扫描谱图

结论

本方法使用 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统建立了快速判定降糖保健品中时候含有苯乙双胍的方法，该方法使用 PCS 试剂盒原位电离，无需对样品进行前处理，无需繁琐的净化以及色谱分离，为快速完成检测提供了快速简单的解决方案。