

Nyírfa levéldrog és étrend-kiegészítő termékek minőségi vizsgálata nagy hatékonyságú vékonyréteg-kromatográfiás módszerrel / *Quality analysis of birch leaf and food supplements with high performance thin-layer chromatography*

1. BEVEZETŐ / INTRODUCTION

Nyírfa levéldrog (*Betula pendula*) és étrend-kiegészítő termékek minőségi meghatározása nagy hatékonyságú vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálattal az ujjlenyomat-kromatogramok alapján. / *Quality determination of birch leaf (Betula pendula) and food supplements with high performance thin-layer chromatography analysis based on the fingerprint chromatograms.*

A minőségi meghatározás az Európai Gyógyszerkönyv (Ph. Eur. 11.5) szerinti módszer (01/2017:1174) alapján történik. / *Qualitative analysis is carried out according to the method described in the European Pharmacopeia (01/2017:1174, Ph. Eur. 11.5).*

2. VIZSGÁLT TERMÉKEK / TESTED PRODUCTS

Megrendelő / Client	Indikáció Kft.
Rendelésszám / PO number	24-06

Terméknév / Product name	Azonosító / Lot number	Vizsgálat dátuma / Date of analysis
Nyírfa levél	1523712	2024.02.21.

3. DOKUMENTÁCIÓ / DOCUMENTATION

Dokumentum / Document	Azonosító / ID
Monográfia száma / Monograph number	01/2017:1174
Vizsgálati protokoll / Test protocol	VP-NYI-HPTLC v01

4. MINTAELŐKÉSZÍTÉS / SAMPLE PREPARATION**4.1. Vizsgálati minta / Test solution**

Dörzsmozsárban elporított nyírfa levéldrogból vagy étrend-kiegészítő termékből 0,5 g-ot bemérünk egy 50 ml-es főzőpohárba, majd hozzáadunk 5 ml metanolt és ultrahangos kádban 15 percig kivonjuk, majd szűrjük. / Measure 0.5 g of powder birch leaf or food supplement into a 50 ml beaker, add 5 ml methanol and extract in an ultrasonic bath for 15 minutes, then filter.

4.2. Referencia oldat (a) / Reference solution (a)

Oldjunk fel 2,5 mg hiperozidot és 3,5 mg kvercitrin 10,0 ml metanolban. / Dissolve 2.5 mg of hyperoside and 3.5 mg quercitrin in 10 mL of methanol.

4.3. Referencia oldat (b) / Reference solution (b)

Hígítsunk 2,5 ml referens oldat (a)-t 10,0 ml-re. / Dilute 2.5 mL of reference solution (a) to 10.0 mL with methanol.

4.4. Referencia oldat (c) / Reference solution (c)

Oldjunk fel 2,5 mg hiperozidot és 3 mg klorogénsavat 10,0 ml metanolban. / Dissolve 2.5 mg of hyperoside and 3 mg of chlorogenic acid in methanol and dilute to 10.0 mL with the same solvent.

<p>ACCREDIT[®] LABORATÓRIUM</p> <p>Székhely: 6725 Szeged, Pálfy u. 52.3 Telephely: 6728 Szeged, Budapesti út 9. Tel.: +36305259395 e-mail: contact@accredit.hu www.accredit.hu</p>	<p>VIZSGÁLATI JELENTÉS TEST REPORT</p> <p>MINŐSÉGI VIZSGÁLAT QUALITY ANALYSIS</p> <p>NHVRK / HPTLC</p>	<p>Terméknév / Product name: Nyírfa levéldrog és étrend- kiegészítő</p> <p>Azonosító / Document ID: VJ-NYI-HPTLC-001/2024</p>
---	---	---

4.5. 10 g/l-es difenilbórsav aminoetilészter oldat / *10 g/L solution of diphenylboric acid aminoethyl ester*

Oldjunk fel 2 g difenilbórsav aminoetilésztert 200 ml metanolban. / *Dissolve 2 g of diphenylboric acid aminoethyl ester in 200 ml of methanol.*

4.6. 50 g/l-es makrogol 400 oldat / *50 g/L solution of macrogol 400*

Oldjunk fel 10 g makrogol 400-at 200 ml metanolban. / *Dissolve 10 g of macrogol 400 in 200 ml of methanol.*

5. MÓDSZER / METHOD

5.1. Állófázis / Solid phase:

HPTLC szilika gél lemez (2-10 µm). / *HPTLC silica gel plate (2-10 µm).*

5.2. Mozgófázis / Mobile phase:

Vízmentes hangyasav, víz, metil-etil-keton, etil-acetát (10:10:30:50 V/V/V/V) / *Anhydrous formic acid, water, methyl ethyl ketone, ethyl acetate (10:10:30:50 V/V/V/V).*

5.3. Felvitel / Application:

A lemezt 120 °C-os szárítókemencébe helyezzük 15-20 percre a kondicionáláshoz. 4 µl 8 mm átmérőjű foltban 10 cm magasságú szilika gél lemezre. A lemez szélességét úgy kell meghatározni, hogy felviteli pontok, valamint a szélső felviteli pontok és a lemez széli között 1 cm távolság legyen. / *Plates are placed in an oven at 120 ° C for 15 to 20 minutes to perform conditioning. 4 µL as bands of 8 mm on a 10 cm high silica gel plate. The width of the plate should be determined to have a distance of 1 cm between the application points and between the edge of the plate and the edge of the plate.*

<p>ACCREDIT[®] LABORATÓRIUM</p> <p>Székhely: 6725 Szeged, Pálffy u. 52.3 Telephely: 6728 Szeged, Budapesti út 9. Tel.: +36305259395 e-mail: contact@accredit.hu www.accredit.hu</p>	<p>VIZSGÁLATI JELENTÉS TEST REPORT</p> <p>MINŐSÉGI VIZSGÁLAT QUALITY ANALYSIS</p> <p>NHVRK / HPTLC</p>	<p>Terméknév / Product name: Nyírfa levéldrog és étrend- kiegészítő</p> <p>Azonosító / Document ID: VJ-NYI-HPTLC-001/2024</p>
--	---	---

5.4. Detektálás / *Detection:*

A lemezt először szobahőn szárítsuk meg, majd szárítószekrényben 100 °C-on 5 percig hevítjük. Ezután a meleg lemezt permetezzük be vagy mártjuk be difenilbórsav aminoetilészter 10 g/l-es metanolos oldatába; az oldószert hideg levegővel távolítsuk el; permetezzük be vagy mártjuk be a lemezt makrogol 400 50 g/l-es metanolos oldatába, szárítsuk meg levegőn, és 30 perc múlva vizsgáljuk meg ultraibolya fényben 365 nm-en. / *Dry the plate on room temperature, then heat at 100 °C for 5 min. Spray or dip the warm plate in a 10 g/L solution of diphenylboric acid aminoethyl ester in methanol; remove the solvent with cold air; spray or dip the plate in a 50 g/L solution of macrogol 400 in methanol, dry in air and examine after 30 min in ultraviolet light at 365 nm.*

6. VIZSGÁLAT / *MEASUREMENT*

A vékonyréteg lemezre az 1. pontra felvisszük a hiperozid és a klorogénsav referens oldatokat. A 2. pontra felvisszük a hiperozid és a kvercitrin referens oldatokat A következő pontokra a minták oldatát visszük fel, majd a mozgófázist tartalmazó futtatókádba helyezük. Az eluálás végpontja 3 cm-rel a lemez felső szélének elérése előtt van. / *The application of hyperoside and chlorogenic acid on the TLC plate is carried at point 1. The application of hyperoside and quercitrin on the TLC plate is carried at point 2. The solutions of the samples are applied to the following spots, then the TLC is placed in the developing chamber containing the mobile phase. The end point of the elution is 3 cm before reaching the upper edge of the plate.*

7. KIÉRTÉKELÉS / *EVALUATION*

A detektálás fejezetben leírt műveletek után a referenciaoldattal és a vizsgálati oldattal kapott kromatogramokon a zónák sorrendjét az **1. ábra** mutatja. A vizsgálati oldattal kapott kromatogramon további fluoreszkáló zónák is jelen lehetnek. / *After the operations described*

<p>ACCREDIT[®] LABORATÓRIUM</p> <p>Székhely: 6725 Szeged, Pálfy u. 52.3 Telephely: 6728 Szeged, Budapesti út 9. Tel.: +36305259395 e-mail: contact@accredit.hu www.accredit.hu</p>	<p>VIZSGÁLATI JELENTÉS TEST REPORT</p> <p>MINŐSÉGI VIZSGÁLAT QUALITY ANALYSIS</p> <p>NHVRK / HPTLC</p>	<p>Terméknév / Product name: Nyírfa levéldrog és étrend- kiegészítő</p> <p>Azonosító / Document ID: VJ-NYI-HPTLC-001/2024</p>
---	---	---

*in the detection chapter, the sequence of zones present in the chromatograms obtained with the reference solution and the test solution is presented in **Figure 1**. Furthermore, other fluorescent zones may be present in the chromatogram obtained with the test solution.*

Rendszeralkalmassági vizsgálat / System suitability test

A kromatogram a középső harmadban 2 különálló zónát mutat, amelyek összeérhetnek. Az alsó zóna (klorogénsav) világoskék fluoreszcenciát, a felső zóna (hiperozid) pedig sárga vagy narancssárga fluoreszcenciát mutat. / *The chromatogram shows 2 distinct zones in the middle third which may, however, be touching. The lower zone (chlorogenic acid) shows a light blue fluorescence and the upper zone (hyperoside) shows a yellow or orange fluorescence.*

A lemez teteje / Top of the plateSárga vagy narancssárga fluoreszcens zóna
(hiperozid) /R1

Sárga vagy narancssárga fluoreszcens zóna
(hiperozid) /R2

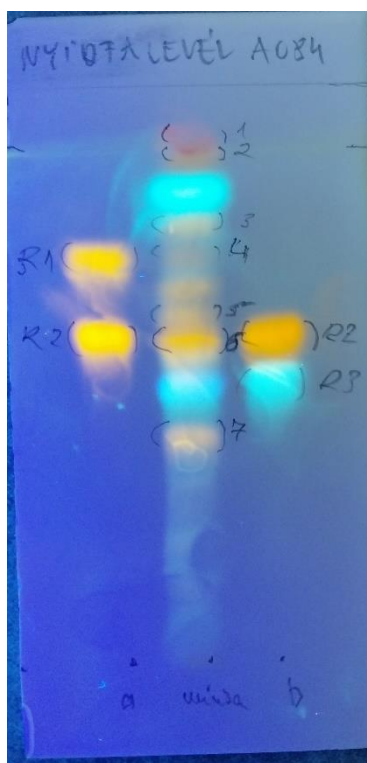
2 piros fluoreszcens zóna, az alsó átfedhet
egy sárga fluoreszcens zónával /1-2Sárga vagy narancssárga fluoreszcens zóna
(lehet halvány) /3Sárga vagy narancssárga fluoreszcens zóna
(hiperozid) (lehet halvány) /4Sárga vagy narancssárga fluoreszcens zóna
(lehet halvány) /5Erőteljes sárga vagy narancssárga
fluoreszcens zóna (hiperozid) /6
Nagyon halványtól az erőteljes intenzitásig
terjedő sárga vagy narancssárga zóna /7Referens oldat / *Reference solution*Vizsgálati oldat / *Test solution***1. ábra** A fluoreszkáló zónák sorrendje a referens és a vizsgálati oldatban. / **Figure 1.** The sequence of fluorescent zones in the referent and test solutions

A felviteli sorrend / Order of the application

- 1: hiperozid és kvercitrin standard / *hyperoside and quercitrin standard*
- 2: Vizsgálati minta / *Test sample*: Nyírfa levél (1523712)
- 3: hiperozid és klorogénsav standard / *hyperoside and chlorogenic acid standard*

8. EREDMÉNYEK / RESULTS

A „Nyírfa levél (1523712)” minta ujjlenyomat-kromatogramja megfelel gyógyszerkönyvi követelménynek. / *The fingerprint chromatogram of "Nyírfa levél (1523712)" sample complies with the pharmacopoeial requirement.*



2. ábra Ujjlenyomat-kromatogram: hiperozid és kvercitrin standard (1), vizsgálati minta (2), hiperozid és klorogénsav standard (3) / **Figure 2.** Fingerprint chromatogram: hyperoside and quercitrin standard (1), test sample (2), hyperoside and chlorogenic acid standard (3)

Szeged, 2024. 02.27.

.....


Dr. Csupor-Löffler Boglárka Ph.D

Ügyvezető / *Executive Director*

Tel.: +36305259395
e-mail: contact@accredit.hu

.....


dr. Vollár Martin

Gyógyszeranalitikus / *Pharmaceutical analyst*