

RP-HPLC 法同时测定复方酚咖伪麻胶囊中盐酸氯哌丁及马来酸氯苯那敏含量

★ 孙萍 (江中药业股份有限公司 南昌 330096)

★ 张文惠 (江西中医学院 南昌 330046)

关键词:盐酸氯哌丁;马来酸氯苯那敏;复方酚咖伪麻胶囊;高效液相色谱法

中图分类号:TQ 460.7⁺2 文献标识码:A

复方酚咖伪麻胶囊为抗感冒药,其抗感冒作用已得到了广泛的认可。其主要成分为对乙酰氨基酚、咖啡因、盐酸伪麻黄碱、盐酸氯哌丁、马来酸氯苯那敏、菠萝酶,为了严格有效地控制该药品的质量,笔者研究并建立了用高效液相色谱法同时测定盐酸

氯哌丁及马来酸氯苯那敏的含量,该方法未见有文献报道,操作简单,结果准确。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:Agilent 1100;马来酸氯苯那敏及盐酸氯哌丁对照品均由中国药品生物制品检定

2.3 对犬缺血心肌梗死范围的影响 结果见表 3。

表 3 对犬心肌梗死面积和梗死心肌重量的影响

	n	剂量 /g·kg ⁻¹	梗死面积百分率 (%)	梗死心肌重量百分率 (%)
空白对照组	6	NS 10.0 ml	34.11±5.59	5.02±0.504
丸剂原型组	6	0.24	27.40±2.26	4.15±0.44*
颗粒低剂组	6	0.08	30.43±4.53	4.4±0.57
颗粒中剂组	6	0.24	25.75±2.97*	3.85±0.64**
颗粒高剂组	6	0.72	27.71±3.95*	4.13±0.69*

注:梗死面积百分率(%)=梗死面积(cm²)/心肌片面积(cm²)×100;梗死心肌重量百分率(%)=梗死心肌重(g)/全心重(g)×100

3 讨论

心脑血管病当今仍为人类健康的最大杀手,现代医学和中医学都在为改善其预后及降低死亡率投入了很大的力量,并取得了长足的发展。现代医学认为,中老年患者因动脉硬化,可使冠状动脉狭窄或部分分支的闭塞,同时其扩张性也会减弱,冠脉流量减少,供氧亦减少。当心脏负荷突然增加,如劳累、情绪激动等情况下,可使心肌室壁张力升高,耗氧增多,心肌氧的供求失去平衡,供求矛盾更为突出,导致心肌暂时或持久的缺血缺氧,引起心电图等的改变和一系列临床症状的发生。

祖国医学认为冠心病心绞痛属“胸痹”范畴。心主血脉,气血失调,血脉不通,心脉气血运行失调是冠心病心绞痛甚至发生心肌梗死之因。

冠心生脉颗粒是以生脉散为基本方加味组成的中药复方制剂。生脉散^[1]的功效为“益气养阴,敛汗

生脉”,临床上常用于治疗冠心病、心绞痛、急性心肌梗死、心力衰竭等心血管疾病。本方加味赤芍、丹参等具有活血化瘀等^[8]作用。同时,将丸剂改为颗粒剂,不仅使用方便,还有利于提高胃肠道吸收利用率。以上这些无疑对冠心病、心绞痛、心肌梗死等有益。本文所研究的冠心生脉颗粒结果可见,能明显减少犬因心肌缺血 ST 段抬高总数及其 ST 段抬高的总点数,明显降低心肌缺血后梗死的面积和梗死区的百分率。这为临床心血管系统疾病治疗提供了更好的前景,也为广泛运用于临床提供了科学依据。

参考文献

- [1]王本祥主编.现代中药药理学[M].天津:天津科学技术出版社,1999:347,885
- [2]徐淑云,卞如谦,陈修主编.药理实验方法学[M].第二版.北京:人民卫生出版社,1991:939~940
- [3]廖家桢.生脉散对冠心病心绞痛患者左心室功能的影响[J].中医杂志,1981,22(6):424
- [4]苗明三.实验动物和动物实验技术[M].北京:中国中医药出版社,1997:193~195
- [5]史大贞,徐凤芹,陈可冀,等.精制血府胶囊抗犬急性心肌缺血的研究[J].中草药,1998,29(8):539~541
- [6]刘剑刚,刘立新,马晓斌,等.延胡索碱注射液对大鼠实验性急性心肌梗塞和红细胞流变性的作用[J].中药新药与临床药理,2000;11(2):76~79
- [7]储敏,宋国秀.麝香保心丸对狗及大鼠实验性心肌梗塞的保护作用[J].中成药,1996,18(5):30~31
- [8]郑虎占,董泽宏,奈靖主编.中药现代研究与应用[M].第三卷.北京:学苑出版社,1998:2138,1 111

(收稿日期:2006-07-17)

所提供;试剂:乙腈为色谱纯,其余均为分析纯;复方酚咖伪麻胶囊样品,由江中药业股份有限公司提供(批号:20060512,20060608及20060713;规格:0.2 g/粒;每粒含马来酸氯苯那敏6 mg,含盐酸氯哌丁1.25 mg)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱:用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,4.6 mm×150 mm;流动相:乙腈-水(32:68),用磷酸调节pH至3.5检测波长:227 nm;流速:1.0 mL/min;柱温:室温;理论塔板数按马来酸氯苯那敏的色谱峰计算不得少于2 100。

2.2 测定方法 取本品10粒内容物,精密称定,研成细粉,混合均匀,精密称取适量(约0.08 g;相当于含马来酸氯苯那敏2.5 mg,盐酸氯哌丁0.5 mg)置于100 mL量瓶中,加流动相适量,超声处理使溶解,放至室温,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液20 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取经105℃干燥至恒重的马来酸氯苯那敏和盐酸氯哌丁对照品,同法分别配成12.13 μg/mL和60.07 μg/mL的对照品溶液,同法测定,按外标法,分别以浓度和其相对应的峰面积计算两组分的含量。

2.3 线性关系的考察 取盐酸氯哌丁对照品溶液(浓度为23.848、47.696、59.62、71.54、95.392(g/mL),马来酸氯苯那敏对照品溶液(浓度为4.904、9.808、12.26、14.712、19.616(g/mL),按上述色谱条件,分别精密量各对照品溶液20 μL,进样,测定峰面积,以浓度为横坐标,各自对应的峰面积为纵坐标作线性回归,盐酸氯哌丁的线性回归方程为 $A = 41.684C - 3.9$, $r = 0.9999$,线性范围为23.848~95.392 μg/mL;马来酸氯苯那敏的线性回归方程为 $A = 16.4497C - 0.06122$, $r = 0.9999$,线性范围为4.904~19.615 μg/mL。

2.4 重复性试验 取同一批号(20060512)的样品5份,分别按2.2项下的测定方法操作,依法测定结果,马来酸氯苯那敏的平均含量为100.01%, $RSD = 0.27\%$ ($n = 5$);盐酸氯哌丁的平均含量为99.95%, $RSD = 0.37\%$ ($n = 5$)。

2.5 精密度试验 取同一份样品(批号:20060512)的供试品溶液,照上述含量测定法连续进样5次,分别测定出峰面积,结果盐酸氯哌丁峰面积的 $RSD = 0.62\%$ ($n = 5$),马来酸氯苯那敏峰面积 $RSD = 0.91\%$ ($n = 5$)。

2.6 溶液稳定性考察 取同一份供试品溶液(批号:20060512),室温放置0、2、8、16及24小时,精密量取不同时间的溶液进样,测得盐酸氯哌丁峰面积 $RSD = 0.95\%$,马来酸氯苯那敏峰面积 $RSD = 0.77\%$ 。结果表明,样品溶液24小时内稳定。

2.7 方法专属性试验 通过对主成分及降解产物按上述HPLC法进行分离检测,结果表明采用上述HPLC法测定盐酸氯哌丁及马来酸氯苯那敏含量的方法专属性良好。另取其他原料及辅料适量,按处方配制成不含被测组分的空白样品溶液,同法操作,结果表明,其他原辅料对该二组份含量测定无干扰。

2.8 方法定量限 二种组分用同一系统进行测定,在选定的色谱条件下,以基线噪音的10倍作为最低定量限。盐酸氯哌丁的定量限为55.06 ng,马来酸氯苯那敏的定量限为61.60 ng。

2.9 马来酸氯苯那敏、盐酸氯哌丁含量测定方法回收率考察 分别精密称取盐酸氯哌丁、马来酸氯苯那敏对照品适量,同时按处方比例加入其它四种组份及辅料,分别制成含量为80%、100%、120%的3种供试品溶液共9份,照上述含量测定法测定含量,分别计算回收率。结果盐酸氯哌丁的平均回收率为99.8%($RSD = 0.46\%$, $n = 9$);马来酸氯苯那敏的平均回收率为100.1%($RSD = 0.35\%$, $n = 9$)。

2.10 样品含量测定结果 按上述含量测定方法测定3批样品中马来酸氯苯那敏、盐酸氯哌丁的含量,按标示量计算,结果见表1。

表1 马来酸氯苯那敏、盐酸氯哌丁
含量测定结果[标示量%(mg/粒)]

批号	马来酸氯苯那敏 (%)	RSD (%, $n = 3$)	盐酸氯哌丁 (%)	RSD (%, $n = 3$)
041001	99.8(5.99)	0.31	98.0(1.22)	0.24
041002	100.5(6.03)	0.14	99.9(1.25)	0.38
041003	100.6(6.04)	0.21	99.4(1.24)	0.19
平均值	100.3(6.02)	0.36	99.1(1.24)	0.82

(收稿日期:2007-01-22)

欢迎投稿! 欢迎订阅!