

# 虎杖“生药袋包颗粒”和免煎颗粒及其饮片汤剂的对比研究

丁青龙 刘汉清<sup>1</sup> 焦新祥<sup>1</sup> (常州 213003 解放军 102 医院;<sup>1</sup> 南京 210029 南京中医药大学)

**摘要** 目的:虎杖生药袋包颗粒代替饮片汤剂的研究。方法:采用正交试验法优选虎杖生药袋包颗粒制备工艺条件,并用紫外分光光度法测定生药袋包颗粒、免煎颗粒及饮片煎液中的主要成分 1,8-二羟基蒽醌含量,对煎出率也进行了比较。结果:虎杖生药袋包颗粒剂的优选工艺是药材颗粒度为 30 目,加水量是药材的 20 倍,煎煮时间 15 min,煎煮 3 次。3 种入煎汤剂中,生药袋包颗粒的煎出率最高,是饮片的 1.3 倍,免煎剂的 8.6 倍。1,8-二羟基蒽醌含量也以袋包颗粒为最高,是饮片的 1.2 倍,是免煎剂的 23.7 倍。结论:虎杖生药袋包颗粒剂的煎提效果明显比其它 2 种入煎汤剂好,方法可行,可替代饮片汤剂。

**关键词** 正交试验;颗粒剂;紫外分光光度法;1,8-二羟基蒽醌;汤剂

# The comparison of ploygonum cuspidetum sieb et suce. granules crude drug bag-infusion compared and it's prepared herbal medicine and fusible pellet

Ding Qinglong( Ding QL) ,Liu Hanqing( Liu HQ) ,Jiao Xingxiang( Jiao XX) ( PLA 102 Hospital , Changzhou 213003)

**ABSTRACT OBJECTIVE:**In order to replace prepared herbal medicine of cuspidetum sieb at suce with granules crude drug bag - infasion . **METHOD:**The optimum preparation procedure for granules crude drug bag-infusion was studied by orthogonal test .1 ,8- dimethylquantitation in three decoction representing different decocting method was determined by UV . **RESULTS:**The optimum choice was :water is 20 times of the medicine amount added decocting for three times 15 min per time .The decocting rate of bag-infusion was 1 .3 times higher than that of prepared herbal medicine and 8 .6 times than that of fusible pellet's .The 1 ,8- dimethylquantitation content in bag-infusion's decoction was 1 .2 times of prepared herbal medicine's and 23 .7 times of fusible pellet's . **CONCLUSION:**Polygonum cuspidetum sieb at suce granules crude drug bag - infusion is superior than other two preparations .It is feasible and can supplant prepared herbal medicine . **KEY WORDS** orthogonal test ,granules ,UV ,1 ,8- dimethylquantitation ,transform of decoction

汤剂因适应中医辩证施治,随证组方的原则,几千年经久不衰延用至今,目前仍被广泛应用。但中药调配中剂量不准,劳动强度大,药材浪费等问题一直未能妥善解决。本文采用正交法对虎杖“生药袋包颗粒”剂与饮片汤剂、颗粒汤剂进行了系统的对比研究,取得了满意的效果。

## 1 实验材料

### 1.1 药品与试剂

虎杖(Rhizoma Polygoni Cuspidati)(常州102医院中药房,常州药品检验所鉴定);1,8-二羟基蒽醌对照品(常州市药品检验所);虎杖颗粒汤剂(江苏天江制药厂);氯仿、乙醚等均为分析纯。

### 1.2 仪器

752紫外分光光度计,1/10000电光分析天平(上海天平仪器厂)。

## 2 标准曲线的制备

称取6.82mg标准品,置25ml量瓶中用乙醚定容,取0.2,0.4,0.6,0.8,1.0和1.2分别置于10ml量瓶中,用5%氢氧化钠-2%氨水稀释,并在(490±1)nm处测定吸收度,结果见表1。建立回归方程为: $A = 20.161$

表3 正交试验及实验结果[ $L_9(4^3)$ ]

实验号	A	B	C	D	煎出率(%)	1,8-二羟基蒽醌含量(mg/g)	综合评分
1	1	1	1	1	9.85	0.57	92.70
2	1	2	2	2	15.13	1.09	94.60
3	1	3	3	3	16.24	1.12	95.17
4	2	1	2	3	16.82	1.24	95.52

$$c + 1 \times 10^{-2}, r = 0.9999.$$

表1 1,8-二羟基蒽醌标准品浓度与吸收度测定结果

c(mg/ml)	A
5.456	0.120
10.912	0.230
16.368	0.340
21.824	0.450
27.280	0.560
32.736	0.570

## 3 虎杖生药袋包颗粒剂工艺条件研究

### 3.1 正交实验设计

选择采用四因素三水平的正交试验。见表2,3。

表2 因素水平表

水平	因素			
	粒度(目)	加水量(倍数)	煎煮时间(min)	煎煮次数
	A	B	C	D
1	5	10	15	1
2	20	15	25	2
3	30	20	40	3

实验号	A	B	C	D	煎出率(%)	1,8-二羟基蒽醌含量(mg/g)	综合评分
5	2	2	3	1	13.82	0.99	93.90
6	2	3	1	2	21.42	1.68	97.89
7	3	1	3	2	15.94	1.04	94.98
8	3	2	1	3	25.04	1.98	100.00
9	3	3	2	1	17.69	1.45	96.06
综合加权评分	I <sub>1</sub>		282.47		283.20	290.59	282.66
	I <sub>2</sub>		287.31		288.50	286.18	287.47
	I <sub>3</sub>		291.04		289.12	284.05	290.69
	R		2.86		2.12	2.07	2.68
煎出率	I <sub>1</sub>	41.22			42.61	56.01	41.36
	I <sub>2</sub>	51.74			53.99	49.64	52.19
	I <sub>3</sub>	58.67			55.05	46.00	58.10
	R	5.82			4.15	3.34	5.58
含量	I <sub>1</sub>		1.78		2.85	4.23	3.01
	I <sub>2</sub>		3.91		4.06	3.78	3.81
	I <sub>3</sub>		4.47		4.25	3.15	4.34
	R		0.90		0.47	0.36	0.54

### 3.2 虎杖生药袋包颗粒制备

取虎杖干燥品粉碎,过5目( $\phi < 5.96\text{mm}$ )、20目( $\phi < 0.954\text{mm}$ )和30目( $\phi < 0.613\text{mm}$ )目筛,分别装于无纺布袋中,准确称重,每袋15g,封口,备用。

### 3.3 虎杖生药袋包颗粒剂工艺条件的优选

3.3.1 煎出率的测定:分别取不同粒度的虎杖生药袋包颗粒1袋,加水浸泡20min,按正交试验设计进行实验,然后滤取药液,先浓缩至一定浓度,定容于100ml量瓶中,取出2ml作定量分析,其余水浴蒸干,经真空干燥至恒重。

结果表明:A>D>B>C说明诸因素中颗粒度对实验影响最大,煎煮次数和加水量其次,煎煮时间最小,故生药袋包颗粒剂的最佳工艺为A<sub>3</sub>B<sub>3</sub>C<sub>1</sub>D<sub>3</sub>。

## 4 虎杖生药袋包颗粒、饮片、免煎颗粒剂煎出率及1,8-二羟基蒽醌含量的比较

### 4.1 虎杖生药袋包颗粒、饮片、免煎颗粒剂煎出率比较

4.1.1 煎液的制备:虎杖生药袋包颗粒煎液的制备:取30目的袋包颗粒3份,分别加水300ml,浸泡20min后加热煎煮15min,取药液,残渣再煎煮2次,合并药液,浓缩至一定浓度,定容至100ml备用。

饮片煎液的制备:取饮片3份,每份15g,方法同袋包颗粒煎剂的制备。

免煎颗粒煎液的制备:取相当于虎杖生药15g的免

煎剂共3份,溶于150ml水中,加热煎煮15min,滤去药液,浓缩至一定浓度,定容至100ml,备用。

4.1.2 煎出率的测定:虎杖生药袋包颗粒、饮片、免煎颗粒剂煎液各取15ml供含量测定备用,其余水浴蒸干,真空干燥至恒重,测定结果见表4。

表4 煎出率的测定结果

	煎出物重量 m(g)	m(g)	煎出率(%)	RSD(%)
袋包颗粒	2.9810			
	2.9533	2.9598	21.92	0.64
	2.9451			
	2.2527			
饮片	2.2937	2.2714	16.83	0.88
	2.2758			
	2.9533			
免煎剂	0.3480			
	0.3388	0.3442	2.55	1.39
	0.3457			

### 4.2 虎杖生药袋包颗粒、饮片、免煎颗粒煎液1,8-二羟基蒽醌含量的比较

分别取袋包颗粒、饮片、免煎颗粒煎液10ml,加热水解,用氯仿萃取至无色,氯仿液用氢氧化钠5%~2%氨水萃取至无色,定容于50ml量瓶中,在490nm处测定,结果见表5。

表 5 1,8-二羟基蒽醌含量测定的结果

	A	c( mg/ ml)	c( mg/ ml)	RSD( %)
袋包颗粒	0.4760	0.0231		
	0.4700	0.0240	0.0234	0.88
	0.0230	0.4780		
饮片	0.3890	0.0188		
	0.3830	0.0185	0.0188	1.29
	0.3930	0.0190		
免煎剂	0.2060	$0.9721 \times 10^{-3}$		
	0.2080	$0.9821 \times 10^{-3}$	$0.9722 \times 10^{-3}$	0.97
	0.2040	$0.9622 \times 10^{-3}$		

结果表明:袋包颗粒剂中1,8-二羟基蒽醌含量最高,是饮片的1.2倍,是免煎剂的23.7倍。

#### 5 稳定性试验

取虎杖袋包颗粒煎液的一部分,按样品液的制备方法制备,按上述条件自零小时起每隔一段时间测定一次,结果表明,被测物在6h内稳定。

#### 6 精密度试验

取稳定性试验项中的样品液,按上述测定条件重复测定5次,结果重复性好  $RSD = 0.48\%$ 。

#### 7 回收率测定

取同一批号虎杖袋包颗粒5份约10g加入0.40mg标准品,按标准品液的制备方法制备供试液,按上述条件测定,平均回收率为100.75%, $RSD = 2.57\%$ 。

#### 8 小结与讨论

8.1 虎杖生药袋包颗粒剂正交试验结果表明,生药袋包颗粒最佳制备工艺是生药材的粒度为30目,加水300ml,煎煮15min,煎煮共3次。

8.2 1,8-二羟基蒽醌含量分析采用紫外分光光度法,操作简单,精密度高,稳定性好,平均回收率100.75%, $RSD$ 为2.57%。

8.3 虎杖生药袋包颗粒入煎剂的煎出率和主要成份含量为最高,即袋包颗粒剂煎膏率是饮片的1.3倍,免煎剂的8.6倍,主要成分含量,前者是后二者的1.2倍和23.7倍。说明虎杖生药袋包颗粒入煎剂的煎提效果比较好,为汤剂剂改提供了依据。

8.4 生药袋包颗粒剂,符合中医用药随症加减组方,较传统饮片汤剂可节省药材,还能克服单味免煎剂不能与群药共煎之不足,同时,生药袋包颗粒制作简单,适用于工业生产。汤剂目前仍为中医临床用药的主要剂型之一,故汤剂剂改势在必行,生药袋包颗粒剂有代替传统饮片汤剂的趋势。