

妇舒灵胶囊的制备工艺研究

宋玉良 吕圭源 郑志宏¹ (杭州 310009 浙江中医学院; 衢州 324002 浙江衢州市施泰医药保健品有限公司)

摘要 目的:确定妇舒灵胶囊的最佳工艺条件。方法:采用正交设计方法,对制备工艺进行了优化。结果:最佳工艺条件为加水量为生药重的10倍,煎煮2次,沸煮60min。结论:本研究实验结果可靠,工艺简单,最佳工艺条件适合批量生产。

关键词 妇舒灵胶囊;正交试验;制备工艺

Research on the procedure of Fushuling capsule

Song Yuliang (Song YL), Lu Guiyaun (Lu GY), Zheng Zhihong (Zheng ZH) (Zhejiang College of TCM, Hangzhou 310009)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To confirm the best procedure to prepare Fushuling capsule. **METHOD:** The procedure was optimized the procedure by Orthoral test. **RESULTS:** The best condition of procedure is applying water ten times of the weight of original medicinal materials, cooking twice, 60min each time. **CONCLUSION:** The result is credible. The procedure optimized is simple and can be used for batch production.

KEY WORDS Fushuling capsule, orthoral test, procedure of prepration

妇舒灵外用胶囊是由苦参、百部、甘草等多味中药组成的复方制剂。具有清热燥湿、抗菌消炎、杀虫止痒等功效。苦参碱为该制剂的主要有效成分之一。苦参碱具有抗炎抑菌、杀虫解热等多种生理活性^[1,2]。在制备研究过程中,以苦参碱和出膏率采用正交设计试验,两项指标综合评价,找出了最佳制备工艺条件。

1 实验材料

1.1 仪器

Lambda12 紫外可见分光光度计(美国 PE 公司);恒温干燥箱(浙江嘉兴新滕电热仪器厂)。

1.2 试剂和药材

苦参碱(中国药品生物制品检定所,供含量测定用);硅胶 G(青岛海洋化工厂,薄层层析用);其它试剂均为分析纯,实验药材均为饮片(购自本院门诊部)。

2 实验方法与结果

2.1 正交表设计

为了优化制备工艺,根据药材加工过程中存在的问题,考虑加水量、煎煮次数和煎煮时间等因素,设计了因素水平表和 L₉(3⁴) 正交试验表^[3]。见表 1,表 2。

2.2 样品制备

表 1 因素水平表

水平	A	B	C
	煎煮次数	加水量/倍	煎煮时间/min
1	3	10	60
2	2	8	40
3	1	6	20

表 2 L₉(3⁴) 正交试验表及结果

实验号	A	B	C	出膏率	苦参碱含量	综合评分
				/ %	/ mg · ml ⁻¹	
1	1	1	1	25.51	0.9029	69.93
2	1	2	2	22.73	0.6010	52.98
3	1	3	3	20.39	0.4810	48.09
4	2	1	2	19.44	0.8423	74.80
5	2	2	3	16.85	0.4545	51.54
6	2	3	1	17.56	0.9120	82.50
7	3	1	3	10.31	0.3625	54.91
8	3	2	1	13.00	0.3703	51.42
9	3	3	2	10.30	0.3898	56.84
K1	171.00	199.64	203.85			
K2	208.84	155.94	184.62			
K3	163.17	187.43	154.54			
R	45.67	43.70	49.31			

按处方称取干燥药材,按表 2 要求煎煮、合并滤

液,浓缩至每毫升含 1g 生药,制得 9 个样品。

2.3 指标测定

2.3.1 出膏率测定 精密吸取 10ml 样品溶液,在水浴上蒸干,得浸膏,按 95 版药典规定方法烘干称重,计算出膏率。结果见表 2。

2.3.2 苦参碱含量测定^[4] 标准曲线制作:精密称取苦参碱对照品 2.4mg,加无水乙醇定容于 1ml 量瓶中。分别精密吸取 8,12,16,22,28 和 36 μ l 对照品溶液于硅胶 G 板上点样,以苯-丙酮-乙酸乙酯-氨水(2.0:3.0:4.0:0.2)为展开剂上行展开。展开毕,取出,晾干,碘蒸气显色,刮下斑点,装入小柱(1 \times 13cm),以无水乙醇洗脱至生物碱反应为阴性。洗脱液水浴蒸干,分别加 2 \times 10⁻⁴mol/L 溴麝香草酚蓝 pH7.6 的缓冲溶液(0.1mol/L 磷酸二氢钠 0.1mol/L 氢氧化钠溶液)6ml,氯仿 6ml,密塞,振摇 2min,倒入分液漏斗中,静止 30min,分出氯仿层,不加对照品溶液为空白,在 412nm 处测定吸收度。得到吸收度 A 与浓度 C(μ g)的回归方程: $A = 0.0102 C - 0.0294$, $r = 0.9992$ 。

样品测定:准确吸取样品溶液 10ml,精确加入 0.3%盐酸 20ml,摇匀,过滤,精密吸取续滤液 10ml,加浓氨 3ml,用氯仿萃取至生物碱反应为阴性,合并氯仿液,水浴蒸干,用无水乙醇定容于 2ml 量瓶中,作为供试液。精密吸取 40 μ l 供试液于硅胶 G 板上点样,其余操作与标准曲线操作相同。由回归方程求出各煎煮液的苦参碱的相应含量。结果见表 2。

2.4 结果分析

评分标准:按主次指标,规定苦参碱含量满分为 70 分,实验所用药材处方煎液中苦参碱 1.0mg/ml 为满分 70 分,出膏率满分为 30 分,据试验中出膏率变动范围规定 10%为 30 分,30%为 0 分,两项指标评分之和作为该号试验的综合评分,见表 2。

根据综合评分进行方差分析,结果见表 3。

根据极差的大小顺序及方差分析结果,认定各因

表 3 方差分析结果

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F 值	显著性
A	397.67	2	198.84	8.51	不显著
B	338.93	2	169.47	7.25	不显著
C	411.79	2	205.90	8.81	不显著
误差	46.16	2	23.08		
总和	1195.10	8			

素的主次顺序为 C、A、B,且 A₂B₁C₁ 为最佳工艺条件。

为了验证上述结果的准确性,重复最佳条件 A₂B₁C₁ 实验,得到出膏率为 17.30%,苦参碱的含量为 0.9116mg/ml,评分为 82.86,高于正交表中全部 9 个实验结果。故确定工艺为加水量每次为生药重的 10 倍,煎煮 2 次,每次 60min,合并滤液→浓缩→浸膏→喷雾干燥粉→胶囊。

3 讨论

此项研究从实际出发,采用正交设计,多指标综合评价,在提高苦参碱得率的前提下,降低了出膏率,减少了用药量,提高了临床疗效。从而确定最佳工艺条件。

研究采用酸提、碱化萃取法,提取了方药中的总生物碱,又通过薄层层析,使得百部碱等生物碱与苦参碱有较好的分离,从而消除了对苦参碱含量测定的干扰。经测定回收率达 96.5%。表明了实验方法的可靠,从而也可用于控制制剂的质量。

参考文献

- 1 李广勋.中药药理毒理与临床,天津科技翻译出版社,1992:456.
- 2 蔡幼清.国外医学.中医中药分册,1995,17(1):43.
- 3 于立芬.数理统计方法,上海科技出版,1985:160.
- 4 王宝茱.中成药质量标准与标准物质研究.北京:中国医药科技出版社,1994:306;441.