

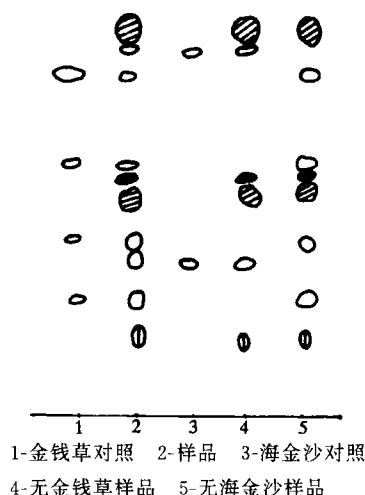


图1 样品薄层图

表1 大黄素浓度与峰面积的关系

大黄素(μg)	0.48	0.96	1.44	1.92	2.40	2.88	3.36	3.84	4.32	4.80
峰面积 $\times 10^{-5}$	0.3914	0.8386	1.1296	1.6075	1.9180	2.4199	2.7884	2.8791	3.4872	3.8895

表2 总大黄素含量测试结果

编号	1	2	3	4	5	$\bar{x}$	RSD%
含量(%)	1.502	1.394	1.438	1.50	1.463	1.459	3.105%

4 小结

金钱草为报春花科植物过路黄 *Lysimachia christinae* Hance 的干燥全草,海金沙为海金沙科植物海金沙 *Lygodium japonicum* (Thunb) S W. 的干

与峰面积积分值(表1),计算得回归方程: $A = 0.0411 + 0.7931C$, $r = 0.997$ 。说明大黄素浓度在 $4.8 \mu\text{g}$ 以下时与其峰面积值呈较好的线性关系。

3.2 大黄素的含量测定:样品适当研细,精密称定,取 5 g ,加甲醇适量,加热回流提取至溶剂无色,回收溶剂至干,加水 20 mL 、盐酸 2 mL ,沸水浴中加热 1 h ,立即冷却,用乙醚萃取 3 次(30 、 20 、 20 mL),合并乙醚液,挥尽乙醚,用甲醇溶解,定容于 5 mL 容量瓶中,在高效硅胶薄层板上点样 $4 \mu\text{L}$ 、大黄素对照液(0.96 mg/mL) $2 \mu\text{L}$,展开与扫描条件同回归方程,经测定,结果见表2。

3.3 回收率实验:在高效硅胶薄层板上点样 $2 \mu\text{L}$,间隔点大黄素对照液 $1 \mu\text{L}$,分别以含量测定项下展开、扫描,结果平均回收率为 96.7% , $RSD = 1.3\%$ ($n = 6$)。

燥成熟孢子,大黄为蓼科植物掌叶大黄 *Rheum palmatum* L.、唐古特大黄 *R. tanguticum* Maxim. 或药用大黄 *R. officinale* Baill. 的干燥根及根茎。本品的薄层鉴别及含量测定方法灵敏,重现性好,可确保保品质量。

(1997-10-10 收稿)

利用单因素和正交试验法筛选出新药偏瘫灵颗粒剂赋形剂种类和最佳用量

长沙九芝堂(集团)有限公司新产品开发中心(410008) 刘向前* 喻长远

偏瘫灵颗粒剂系治疗中风病恢复期偏瘫的新型中药制剂,具有滋阴熄风、化瘀通络之功效。主治中风引起的口舌歪斜、半身不遂、语言不利、头晕耳鸣等症。适用于出血性、缺血性中风恢复期的治疗。通过多次实验,偏瘫灵颗粒剂在制作过程中,粘性成分

多,颗粒难以成型,而且粉末易吸潮,因此,选用赋形剂的种类和用量十分关键。我们采用单因素和正交试验法筛选出赋形剂的种类和最佳用量,得到了较为理想的颗粒。

1 处方组成

* 刘向前 男 工程师,1991年毕业于兰州大学化学系,获天然产物物理学硕士学位。现任长沙九芝堂医药有限公司副总经理,主管新产品开发。主要从事中草药成分研究及新药开发。完成“山光杜鹃化学成分研究”、“地榆原植物化学成分研究”、“湖南红豆杉化学成分研究”等项目,主持和参与了公司多个新产品(药品、保健品、食品)的研究开发。在国内外学术刊物上发表论文二十余篇。

淫羊藿、丹参、赤芍等。

2 单因素和正交试验法

2.1 处方赋形剂优选:制粒时需选用具有吸水性的赋形剂,经查阅《药用赋料应用技术》,微晶纤维素是比较理想的辅料,即使加湿润剂稍过量亦不会影响湿料的拌和过筛,仍能得到较均匀的颗粒,没有结块现象等优点。

在制粒过程中,我们首先采用单因素法预选出了粘合剂为 0.5%的 PVP 乙醇溶液,对于湿热敏感的药物,这样既避免了水分的影响,又可在较低的温度下快速干燥。

2.2 优选偏瘫灵颗粒剂的赋形剂用量及工艺参数:考虑到 PVP 浓度、PVP 用量、维晶纤维素用量、软材搅拌时间 4 个因素,设计了试验方案(见表 1)。

表 1 试验因素水平表

水平	因 素			
	A PVP 浓度 (%)	B PVP 用量 (mL)	C 微纤素量(%) (相对药粉)	D 软材搅拌 时间(S)
1	2	75	5	90
2	1	100	15	120
3	0.5	125	10	150

将 4 个因素按 $L_9(3^4)$ 安排试验,分别取等量浸膏粉与相应辅料过筛混匀,按试验规定量加入粘合剂搅拌,制粒,50℃~70℃下干燥,整粒并计算细粉率,并将部分颗粒分装密封作稳定性考查。评分标准:a. 细粉率:大于 35%为 0 分,每降低 1%增加 1 分;小于 15%为 100 分。b. 稳定性:以水浴 70℃加速试验 8 h,观察颗粒的外观及颜色变化。50℃、90

表 2 正交试验结果

因素	A		B		C		D		细粉率得分	稳定性得分
1	1		1		1		1		30	30
2	1		2		2		2		82	60
3	1		3		3		3		65	65
4	2		1		2		3		34	50
5	2		2		3		1		41	70
6	2		3		1		2		98	55
7	3		1		3		2		0	80
8	3		2		1		3		64	85
9	3		3		2		1		97	90
	细粉率	稳定性	细粉率	稳定性	细粉率	稳定性	细粉率	稳定性		
$\bar{K}_1$	52.33	48.33	21.33	50.00	64.00	53.33	56.00	80.00		
$\bar{K}_2$	57.67	58.33	55.67	71.67	84.33	66.67	53.33	85.00		
$\bar{K}_3$	53.67	85.00	86.67	70.00	35.33	71.67	54.33	66.67		
R	5.34	36.67	65.34	21.67	29.00	18.34	2.67	6.67		

C 加速试验后颗粒的外观及颜色变化为参考打分。无变化为 100 分;颜色变深、粘结成块为 0 分;颜色变深,但未粘结成块为 50 分。试验结果见表 2。

3 讨论

分析结果,①因素对细粉率指标影响大小顺序为 B→C→A→D,②因素对稳定性指标影响大小顺序为 A→B→C→D。综合考虑影响因素,以稳定性为

主(因为细粉可二次成粒),确定最佳工艺处方为 $A_3B_3C_3D_3$,即 PVP 浓度为 0.5%,用量为 125 mL,微晶纤维素量为药粉的 10%,软材搅拌时间为 150 s。由于在生产过程中每批药材的干粉率不可能一致,相应的赋形剂的用量也会有一定的波动,在生产过程中,可灵活掌握。

(1998-02-17 收稿)

安徽高校联合培训部
兽医函授及中医函授大专班常年招生

经省教委批准,第七期兽医函授大专班及第十二期中医函授大专班继续向全国常年招生。使用全国高等院校统编教材,由专家教授辅导,详情见招生简章。凡初中以上文化程度者,可免试入学。报名费 5 元,邮至安徽合肥市五里墩邮政 9—901 信箱邱瑛收,款到寄给招生简章和入学登记表。

邮编:230031 电话:(0551)5112949