



1-制剂供试品 2-药材供试品 3-空白对照液

1-sample 2-medicinal materials 3-blank

图 1 当归 (A)、木香 (B)、白术 (C)、甘草 (D)、远志 (E)、党参 (F)、黄芪 (G)和酸枣仁 (H)的薄层色谱图

Fig. 1 Chromatograms of TLC of *A. sinensis* (A), *A. lappa* (B), *A. macrocephala* (C), *G. uralensis* (D), *P. tenuifolia* (E), *C. pilosula* (F), *A. membranaceus* (G) and *Z. spinosa* (H)

木香、白术用低极性的展开剂,而甘草、远志、党参、黄芪含黄酮、苷类等成分,故选用极性较大的展开剂

3.3 酸枣仁的展距为 8 cm 时较 10 cm 时斑点更清晰,其原因可能是斑点扩散较少。

3.4 采用以下方法避免各种因素对色谱的干扰:温度控制在 18℃~ 25℃,相对湿度为 45%~ 60%,并采用对照药材作分析对照

References

[1] Zong Q H. *Complete Interpretation of Prescriptions of Traditional Chinese Medicine* (中医方剂通释) [M]. Vol III. Shijiazhuang: Hebei Science and Technology Press, 1995.
 [2] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol 11.
 [3] *Drug Specifications Promulgated by the Ministry of Public Health, P. R. China—Preparation of Chinese Patent Medicine* (中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂) [S]. Vol VI. 1992.
 [4] *Drug Specifications Promulgated by Sichuan—Chinese Patent Medicine* (四川省药品标准·中药成方制剂) [S]. Chengdu: Sichuan Science and Technology Publishing House.

1995.
 [5] *Drug Specifications Promulgated by the Ministry of Public Health, P. R. China—Preparation of Chinese Patent Medicine* (中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂) [S]. Vol VIII. 1993.
 [6] Dai S W, Zhang W M, Wang X P, et al. Pharmacodynamic study of Guipi Granules [J]. *Tradit Chin Drug Res Clin Pharmacol* (中药新药与临床药理), 1999, 10(3): 175.
 [7] *Drug Specifications Promulgated by the Ministry of Public Health, P. R. China—Preparation of Chinese Patent Medicine* (中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂) [S]. Vol IX. 1994.
 [8] Liu F, Huang W P. Determination of ferulic acid in Guipi Pills [J]. *Henan J Tradit Chin Med Pharm* (河南中医药学刊), 1996, 11(1): 23.
 [9] LI G Q, Liu Z H, Hou J L, et al. Determination of ferulic acid in Guipi Pills (concentrated pills) by TLC scanning [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1991, 13(3): 15.
 [10] Zhang G J, Xu G J, Ji J Y, et al. *Complete Collection of Identification of Chinese Materia Medica in Common Use* (常用中药鉴定大全) [M]. Haerbin: Heilongjiang Science and Technology Publishing House, 1993.

冠心苏合丸粉碎工艺的研究

赵 伟,丛培臣,么淑芬*

(哈药集团世一堂制药厂,黑龙江 哈尔滨 150088)

冠心苏合丸是我厂蜜丸类主要品种之一,疗效确切,在市场上十分畅销。冠心苏合丸由乳香、青木香、檀香、冰片、苏合香油组成,其中乳香是树脂类药物,粉碎难度大,造成出粉时间过长,出粉率低,供应上出现断档现象。为此我们专门对这一难题进行攻关,经过多次的摸索和实践,终于解决了这一生产中存在的难题,该成果分别在哈尔滨市和黑龙江省获

奖。我们通过对粉碎工艺的改进,不但缩短了每批药的粉碎时间,而且出粉率有了很大的提高,给工厂带来了显著的经济效益。

1 乳香最佳粉碎条件的选择

我们选择冷冻温度、冷冻时间及粉碎时间 3 个因素,以 $L_9(3^4)$ 正交设计进行试验,其因素水平见表 1,结果见表 2,进行统计学处理,得方差分析见表 3

* 收稿日期: 2002-05-08

作者简介: 赵 伟 (1969-),男,黑龙江海伦县人,工程师,1991年毕业于黑龙江中医学院中药系,在哈药集团世一堂制药厂从事技术工作。 Tel (0451) 4105612-8503

表 1 试验因素水平表

Table 1 Factors and levels

水平	因素		
	A冷冻温度 / $^{\circ}\text{C}$	B冷冻时间 /h	C粉碎时间 /h
1	- 8	4	6
2	- 12	6	4
3	- 16	8	2

表 2 $L_9(3^4)$ 正交试验表

Table 2 $L_9(3^4)$ orthogonal design test

试验号	A	B	C	D(误差)	出粉率 /%
1	1	1	1	1	88.0
2	1	2	2	2	90.9
3	1	3	3	3	90.0
4	2	1	2	3	91.0
5	2	2	3	1	94.0
6	2	3	1	2	93.0
7	3	1	3	2	95.0
8	3	2	1	3	95.5
9	3	3	2	1	96.0
k_1	268.9	274.0	276.5	278.0	
k_2	278.0	280.4	277.9	278.0	
k_3	286.5	279.0	279.0	276.5	
R	17.6	6.4	2.5	2.4	

可见各因素对粉碎出粉率影响程度依次为 A> B> C,因素 A有显著性差异,影响最大的是冷冻温度,其次为冷冻时间,而粉碎时间影响最小。因此,各因素的最佳水平组合为 $A_3 B_2 C_3$,即冷冻温度 - 16 $^{\circ}\text{C}$,冷冻时间 6 h,粉碎时间 2 h

2 新旧工艺对照

2.1 旧粉碎工艺:将乳香(制)、檀香、青木香 3味药常温下混匀,粉成细粉与冰片细粉配研,混合均匀。

表 3 方差分析表

Table 3 Variance analysis

方差来源	方差平方和	自由度	均方	F值	P
A	51.65	2	25.825	53	< 0.05
B	7.55	2	3.775	8	
C	1.05	2	0.525	1	
D(误差)	0.98	2	0.49		

$$F_{0.05}(2, 2) = 19.0 \quad F_{0.01}(2, 2) = 99.0$$

2.2 新粉碎工艺:檀香、青木香 2味药混匀粉成细粉,乳香(制)在 - 16 $^{\circ}\text{C}$ 冷冻温度、6 h冷冻时间后粉碎成细粉,将檀香、青木香细粉与乳香细粉、冰片细粉配研,混合均匀

2.3 对比:我们对 40批利用改进后的粉碎工艺粉出的药粉出粉率进行统计,乳香在最佳工艺条件下由 90% 提高到 96%,按每年生产冠心苏合丸 40批计算,共增收 12万余元,节支 2.9万余元

3 讨论

冠心苏合丸出粉率低,粉碎时间长,主要原因是其中含有树脂类药物,遇热易粘附在粉碎机上,乳香熔化,变软,很难粉成细粉,给生产带来了很大的麻烦,而通过正交试验设计,筛选出了粉碎乳香的最佳条件,可以解决冠心苏合丸粉碎时间长,出粉率低的生产难题,从而提高了产量,为企业创造了显著的经济效益和社会效益

HPLC法测定牙痛停滴丸中胡椒碱的含量

李 建,吕归宝*

(天津市药品检验所,天津 300070)

牙痛停滴丸由天津市第六中药厂开发研制,内含萆薢、丁香、冰片,用于治疗牙肿痛。主药萆薢的主要成分为胡椒碱《中华人民共和国药典》2000年版一部收载了 HPLC法测定胡椒碱含量的方法,我们将此方法应用到含萆薢的复方制剂中,排除辅料的干扰,建立了 HPLC法测定胡椒碱含量的方法^[1-3]。

1 仪器与试剂

日本岛津公司 LC-10AD 高效液相色谱仪

牙痛停滴丸由天津市第六中药厂研制并提供胡椒碱和对二甲氨基苯甲醛均由中国药品生物制品

检定所提供,供含量测定用。水为重蒸馏水,其他试剂均为分析纯

2 色谱条件

色谱柱: Spheri-5 C_{18} (5 μm , 250 mm \times 4.6 mm);流动相: 甲醇-水 (7: 3);检测波长: 343 nm;柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$;流速: 1 mL/min 理论板数按胡椒碱峰计不低于 2 500

3 方法与结果

3.1 内标溶液的制备:取二甲氨基苯甲醛适量,置棕色瓶中加无水乙醇使溶解,制成 1 mg/mL 的溶

* 收稿日期: 2002-05-15