

· 药剂 ·

肠肛舒颗粒剂制备工艺研究

周淑芳,唐声武,余凌英,王世宇(成都中医药大学,成都 610075)

摘要:采用正交实验方法,以黄芩甙含量,芍药甙含量为指标,优选出肠肛舒颗粒的最佳制备工艺,即加10倍量水,浸泡0.5小时,煎煮3次,每次1.0小时。

关键词:肠肛舒颗粒;正交实验;制备工艺;黄芩甙;芍药甙

中图分类号:R283.627 文献标识码:B 文章编号:1005-9903(1999)05-0001-02

Studies on Preparation Procedure for Changgangshu Granule

ZHOU Shu-fan, TANG Sheng-wu, YU Ling-ying, WANG Shi-yu

(Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu, 610075)

Abstract: The optimum preparative conditions of Changgangshu granule were determined as extracted with ten times amount of water, soaked half an hour, then decocted time times and one hour for every decoction, by the content of baicalin and paeoniflorin with orthogonal analysis.

Key words: Changgangshu granule; orthogonal method; preparation procedure; baicalin; paeoniflorin

肠肛舒颗粒由赤芍、黄芩、槐米、大黄等中药组成,具有清热凉血、解痉止痛、润肠通便作用。临床用于血热肠燥便秘、肛门肿痛、痔疮出血脱出,有较好疗效。本文采用正交实验方法考察了药物浸泡时间、加水量、煎煮时间、煎煮次数对工艺的影响,并进行分析,优选出了各因素的最佳水平。

1 仪器与试药

GLISON(法国)液相色谱仪 电热恒温鼓风干燥箱(成都电烘箱厂) 751-G10型分光光度计(上海分析仪器厂)

赤芍、黄芩、槐米、大黄等中药均购自四川省中药材公司。芍药甙对照品、黄芩甙对照品均购自中国药品生物制品检定所。所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 实验方法 根据处方中各药味的性质特点以及临床用药的需要,采用水煎煮提取,选定浸泡时间、加水量、煎煮时间、煎煮次数

为考察因素,并以黄芩甙含量、芍药甙含量为考察指标,选用 $L_9(3^4)$ 正交实验表安排实验,见表1。

按处方比例称取药材适量,并按正交表安排实验,所得药液滤过,浓缩至(药材:药液)1:5,备用。

表1 实验因素水平表

因素 水平	A 浸泡时间 (min)	B 加水量 (倍)	C 煎煮时间 (h)	D 煎煮次数
1	不浸泡	6	0.5	1
2	15	8	1.0	2
3	30	10	1.5	3

2.2 测定方法

2.2.1 黄芩甙含量^[1] 精密吸取9.2ml药液,于4000r/min离心15min,取上清液置蒸发皿中,蒸干,残渣加95%乙醇适量,水浴加热使溶解并转移至100ml量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀,用干燥滤纸滤过,弃去初滤

液,精密吸取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀;再精度吸取溶液 5ml,置 25ml 量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀。照分光光度法^[2]在 275±1nm 波长处测定吸收度。所含黄酮类以黄芩甙(C₂₁H₁₈O₂)计算,吸收系数(E_{1cm}^{1%})以 673 计算,即得。

2.2.2 芍药甙含量^[3] 精密吸取 11ml 药液,稀释、定容,高速离心,取上清液作为供试品溶液。采用高效液相色谱法^[3]测定,以甲醇-36%醋酸-异丙醇-水(25:2:1:71)为流动相,检测波长 230nm。标准曲线 A = 237648.3792C - 3876.5 r = 0.9999 表明在 0~1.296μg 之间线性关系较好。测定结果见表 2。

表 2 正交实验及实验结果

实验号	A	B	C	D	黄芩甙含量(mg/g)	芍药甙含量(mg/g)
1	1	1	1	1	12.88	3.95
2	1	2	2	2	22.48	5.44
3	1	3	3	3	30.43	6.38
4	2	1	2	3	27.13	6.09
5	2	2	3	1	24.41	4.79
6	2	3	1	2	21.64	4.47
7	3	1	3	2	25.49	5.45
8	3	2	1	3	22.93	5.58
9	3	3	2	1	20.91	5.81
黄芩甙含量	I _j	65.8	65.5	57.4	58.2	
	II _j	73.2	69.8	70.5	69.6	
	III _j	69.3	73.0	80.3	80.5	
	R	7.4	7.5	22.9	22.3	
芍药甙含量	I _j	15.8	15.5	14.0	14.6	
	II _j	15.4	15.8	17.3	15.4	
	III _j	16.8	16.7	16.6	18.0	
	R	1.5	1.2	3.3	3.5	

根据表 2 实验结果进行直观分析,从黄芩甙含量结果可以看出 A₂>A₃>A₁,B₃>B₂>B₁,C₃>C₂>C₁,D₃>D₂>D₁,从而得出最优提取工艺为 A₂B₃C₃D₃,各因素影响程度为 C>D>B>A,即煎煮时间及次数影响大。

芍药甙含量结果表明 A₃>A₁>A₂,B₃>B₂>B₁,C₂>C₃>C₁,D₃>D₂>D₁,得出最优

提取工艺为 A₃B₃C₂D₃,各因素影响程度为 D>C>A>B,即煎煮次数与时间影响大。

从两个指标分析结果看,B、D 因素结论一致,A、C 不一致。因提取时黄芩不浸泡,A 因素可以不考虑。又由于赤芍是该方君药,芍药甙含量应为主要影响因素,结合生产实际,综合考虑,最佳提取工艺为 A₃B₃C₂D₃,即加 10 倍水,浸泡 0.5 小时,煎煮 3 次,每次 1.0 小时。

按实验筛选条件进行验证实验,结果表明有效成分提取率较高,其中黄芩甙平均含量为 29.85mg/g,芍药甙平均含量 5.79mg/g,且重现性好,故认为该工艺稳定可行。

3 讨论

3.1 肠肛舒颗粒剂是在右方“槐角丸”的基础上加减而成。在成都中医药大学附属医院肛肠科应用 30 余年,疗效确切可靠。经剂型研究制成颗粒剂后,不仅保持原有疗效,而且使用更为方便。在成都市中医院、成都市痔瘘医院等单位扩大应用中,受到单位和病人的好评。

3.2 本实验采用多指标对肠肛舒颗粒提取工艺进行筛选,选定的最佳工艺所制成的样品有效成分含量高,重现性好。所以,中药复方制剂提取工艺研究,应通过试验来确定其合理的工艺路线和工艺条件,其评价指标不能单一,应尽量选择多个指标,以接近功能主治所规定的治疗范围所含有的有效成分。

参考文献:

[1] 陈发奎,王玉珍,刘维彬,等.常用中草药有效成分含量测定[M].北京:人民卫生出版社,1997.618

[2] 中华人民共和国卫生部药典委员会.中华人民共和国药典[M].广州:广东科技出版社,1995.附录 VA

[3] 李章万,郭平,刘三康,等.三种赤芍药和脏连丸中芍药甙的含量测定[J].华西药学杂志,1990,5(3):152~154

(收稿日期:1999-02-05)