

# 中药巴布剂制备工艺的实验研究

刘淑芝<sup>1</sup>, 费虹<sup>1</sup>, 汤亚池<sup>1</sup>, 郭春燕<sup>1</sup>, 张蔚君<sup>2</sup>

(1 中国中医研究院中药研究所, 北京 100700;

2 北京空军总医院, 北京 100036)

**摘要:** 选用正交实验法, 以膏体的均匀性、膜残留性、柔软性、可涂展性及对皮肤的追随性为综合考察指标, 以剥离时粘着力(180°)为量化指标, 对影响巴布剂膏体物理性状的因素: 搅拌时间、炼合温度、各组分基质的添加顺序三个因素进行实验研究, 并对最佳条件进行优选。结果表明: 制备工艺的最佳条件为: 搅拌 20~40min; 膏体温度 50℃; 赋形剂组分先与填充剂组合混合后, 再加入粘性剂。

**关键词:** 制备工艺; 基质; 正交设计

中图分类号: R283.6 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2001)03-0009-03

## Experimental Studies on the Techniques of Cataplast Contained Chinese Herbal Medicines

LIU Shu-zhi<sup>1</sup>, FEI Hong<sup>1</sup>, TANG Ya-CHI<sup>1</sup>, GUO Chun-yan<sup>1</sup>, ZHANG Wei-jun<sup>2</sup>

(1. Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of TCM, Beijing, 100700;

2. Beijing general hospital of Airman, Beijing, 100036)

**Abstract:** The factors effecting the physical property of cataplast were investigated by means of the homogeneity, layer residue, flexibility and adhesive ability of the plaster as comprehensive consideration, and adhesive force(180°) while exfoliated as the quantitative marker. The main factors, stirring time, refining temperature, and adding order of matrixs were studied by orthogonal design tests. The optimized procedures were stirring for 20~40minute, plaster at 50℃, and after mixing the excipients and filling material, then adding the bonds.

**Key words:** Preparative technique, matrix, orthogonal design

中药巴布剂的物理性状, 除受原料的影响、基质配方配比的影响以外, 制备工艺是影响巴布剂膏体物理性状的重要因素之一。本文以基质膏体的均匀性、膜残留性、柔软性、可涂展性及对皮肤的追随性为综合考察指标, 以剥离时粘着力(180°)为量化指标, 对影响巴布剂膏体物理性状的因素: 搅拌时间、炼合时间、各组分基质的添加顺序三个因素进行实验研究, 并用正交实验法对最佳条件进行优选。

### 1 实验部分

**1.1 仪器与样品** WD-I 型万能电子试验机(长春第二试验机厂); ZQZ-BD 型多功能搅拌机(天津利华仪器厂)。

按巴布剂基质处方和正交设计条件制备成膏体, 涂于衬布上, 加盖聚乙烯薄膜, 即得基质样品。

**1.2 各项指标的测定方法** 剥离粘着力: 按 GBZ771-81 规定的测定方法, 剪取宽 12mm, 长 250mm

的成型巴布剂 5 块, 37℃预热 30min, 取出贴于酚醛板上, 用重 850 克的橡胶圆筒滚压三次, 放入 37℃恒温箱中保持 30min, 取出以 300mm/min 的速度作 180°角剥离, 数据均为五个样品测定均值。

膜残留性: 取成型巴布剂五片, 180°剥离后, 残留在聚乙烯薄膜上的量。

柔软性: 该项指标系感官感觉打分, 满分为 1 分。

涂展性: 用自制涂布器涂布时, 抛锚性好, 膏体均匀不断条为佳。

膏体均匀性: 所制备的膏体均匀、细白、无颗粒状胶团。

皮肤追随性: 该项指标借鉴日本评价巴布剂的方法, 将成型巴布剂贴于手腕背部, 用力甩 10 下不脱落。

以上指标, 除剥离强度外, 其余每项指标 1 分, 共 5 分, 作为综合评定指标。

**1.3 巴布剂基质膏体工艺条件的优选、实验条件及**

数据分析 巴布剂基质膏体的制备,在工艺条件方面,有三个重要因素:A、搅拌炼和时间,它是使多组分膏体均匀混合的关键。B、炼和时膏体的温度,它与时间相辅相成,温度高,时间长则混合均匀,但温度太高,时间太长又会使膏体粘性下降。因此,需选择一合适的炼和温度与时间。C、各基质组分的添加顺序。

将巴布剂基质膏体分为三个组分:a. 粘合剂组分;b. 赋形剂组分;c. 无机填充剂组分。由于组成基质处方的物质有高分子聚合物,亦有天然的矿物质,其理化性质的不同需要合理的添加顺序,否则直接影响到中药巴布剂膏体的状态。据此,本研究选择正交实验的三因素三水平 $L_9(3^4)$ 表,以剥离强度和综合打分为衡量指标,进行最佳工艺条件的优选。数据见表1、表2、表3。

表1 因素水平表

| 水平 | 因素        |         |                        |
|----|-----------|---------|------------------------|
|    | A         | B       | C                      |
|    | 炼和时间(min) | 炼和温度(℃) | 添加顺序                   |
| 1  | 20        | 25      | (a+ c) $\rightarrow$ b |
| 2  | 40        | 50      | (a+ b) $\rightarrow$ c |
| 3  | 60        | 70      | (c+ b) $\rightarrow$ a |

表2 实验安排及数据分析

| 因素<br>实验号   | A      | B       | C       | D      | 剥离强度<br>(牛顿)   | 综合指标<br>(分值) |
|-------------|--------|---------|---------|--------|----------------|--------------|
| 1           | 1      | 1       | 1       | 1      | 0.9048         | 3.65         |
| 2           | 1      | 2       | 2       | 2      | 2.4931         | 4.20         |
| 3           | 1      | 3       | 3       | 3      | 2.2070         | 4.25         |
| 4           | 2      | 1       | 2       | 3      | 1.5288         | 3.60         |
| 5           | 2      | 2       | 3       | 1      | 5.3704         | 4.75         |
| 6           | 2      | 3       | 1       | 2      | 2.0266         | 3.82         |
| 7           | 3      | 1       | 3       | 2      | 2.5950         | 4.75         |
| 8           | 3      | 2       | 1       | 3      | 2.3912         | 4.00         |
| 9           | 3      | 3       | 2       | 1      | 2.4373         | 2.45         |
| I           | 5.6049 | 5.0286  | 5.3226  | 8.7125 | $CT = 53.5541$ |              |
| II          | 8.9258 | 10.2547 | 6.4592  | 7.1147 |                |              |
| III         | 7.4235 | 6.6709  | 10.1724 | 6.1270 |                |              |
| $\bar{k}_1$ | 1.8683 | 1.6762  | 1.7742  | 2.9042 |                |              |
| $\bar{k}_2$ | 2.9753 | 3.4182  | 2.1531  | 2.3716 |                |              |
| $\bar{k}_3$ | 2.4745 | 2.2236  | 3.3908  | 2.0423 |                |              |
| R           | 1.1070 | 1.7420  | 1.6166  | 0.8619 |                |              |
| S           | 1.8436 | 4.7614  | 4.2889  | 1.1348 |                |              |

以上数据均为五个数据的平均值。

表3 方差分析

| 方差来源  | 离差平方和  | 自由度 | 均方     | F值     | 显著性        |
|-------|--------|-----|--------|--------|------------|
| $S_A$ | 1.8436 | 2   | 0.9218 | 1.6246 | —          |
| $S_B$ | 4.7614 | 2   | 2.3807 | 4.1958 | $P < 0.25$ |
| $S_C$ | 4.2889 | 2   | 2.1440 | 3.7786 | $P < 0.25$ |
| $S_e$ | 1.1597 | 2   | 0.5674 |        |            |

$$F_{1-0.25}(2, 2) = 3.0$$

从剥离强度的直观分析和方差分析的结果,因子B、C在设计范围内的水平变化,对剥离时的粘着力是有影响的,最佳组合是 $A_2B_2C_2$ ,即炼和时间40min,炼和温度为50℃,添加顺序:无机填充剂先与赋形剂混合,然后再加入粘性剂,基质制成后与药物部分混合。

综合积分指标属估计值,故只做直观分析,结果见表4。

表4 综合积分值的直观分析

| 项目          | A     | B     | C     |       |
|-------------|-------|-------|-------|-------|
| I           | 12.1  | 12.0  | 11.47 | 10.85 |
| II          | 12.17 | 12.95 | 10.25 | 12.77 |
| III         | 11.2  | 10.52 | 13.75 | 11.85 |
| $\bar{k}_1$ | 4.03  | 4.0   | 3.82  | 3.6   |
| $\bar{k}_2$ | 4.06  | 4.3   | 3.4   | 4.3   |
| $\bar{k}_3$ | 3.78  | 3.5   | 4.6   | 3.95  |
| R           | 0.33  | 0.8   | 1.2   | 0.7   |

综合打分值分析结果显示:炼和时间对膏体的综合物理性状指标无影响,搅拌时炼和20min或40min均可。搅拌炼和温度和各组分添加顺序则对膏体物理性状有一定的影响。以选择炼和温度50℃,添加顺序以先将赋形剂与无机填充剂混合,再加入粘性剂。最佳组合为: $A_2B_2C_3$ ,综合打分的直观分析结果与剥离强度的数据分析结果是一致的。

1.4 重复试验 用优选出的工艺条件制备三批样品,测其剥离强度和拉力,结果见表5。

表5 重复实验表

| 样品号 | 剥离强度(N) | 拉力(N) |
|-----|---------|-------|
| 1   | 4.02    | 41.69 |
| 2   | 3.95    | 40.87 |
| 3   | 4.13    | 41.20 |

以上数据说明,优选出的工艺条件可行,各项指标均符合外用贴敷的要求,且容易控制,便于操作。

## 2 结果与讨论

2.1 经过正交实验的优选,巴布剂基质制备工艺的更好条件是:搅拌炼和20~40min,炼和温度为50℃,

各组分添加顺序以无机填充剂先与赋形剂混合,然后再加入粘性剂,基质制成后再加入中药浸膏组分。用该工艺制成的巴布剂粘弹性好,柔软易贴敷。

**2.2** 在搅拌炼合的过程中,搅拌速度对膏体的物理性状影响不容忽视。速度过快,不但会给膏体中带来很多气泡,而且由于剪切力的原因会造成膏体粘性下降。速度太慢,膏体不易均匀。经单因素比较实验,以选择搅拌机速度标示5档较适宜。正交实

验中的搅拌速度均选择5档。

**2.3** 工艺条件的选择与所用原料、设备有关。在具体实验中,还应结合所选择的原料规格,品种以及设备的情况适当调整工艺条件。

#### 参考文献:

- [1] 北京大学数学力学系概率统计组编. 正交设计法[M]. 北京:石油化学工业出版社, 1976. 7-8.