

正交试验优化骨炎消巴布剂的基质处方

徐剑, 郑曙光*
(贵阳中医学院, 贵阳 550002)

[摘要] 目的:优选骨炎消巴布剂的基质配方。方法:采用正交设计,选取聚丙烯酸钠(NP-700),羧甲基纤维素钠(CMC-Na),丙三醇和二氧化钛的用量为考察因素,以初黏力、持黏力、综合感官的综合评分为指标,优化骨炎消巴布剂的基质处方。结果:优选的基质处方为 NP-700 3 g,CMC-Na 0.6 g,丙三醇 16 g,二氧化钛 0.8 g。结论:按优选的基质处方制得的骨炎消巴布剂外观、黏附性良好。

[关键词] 骨炎消巴布剂; 正交设计; 基质处方

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)24-0039-03

Optimization of Matrix Prescription for Guyanxiao Cataplasm by Orthogonal Test

XU Jian, ZHENG Shu-guang*
(Guiyang College of Traditional Chinese Medicine, Guiyang 550002, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize matrix prescription of Guyanxiao cataplasm. **Method:** Matrix prescription was optimized by orthogonal test with initial viscosity, sustained adhesive strength and general sensory as comprehensive evaluation index, the amount of NP700, CMC-Na, glycerol and titania were chosen as factors. **Result:** Optimal matrix prescription was: NP-700, CMC-Na, glycerol and titania of 3, 0.6, 16, 0.8g, respectively. **Conclusion:** Guyanxiao catapasm with good appearance and adhesion could be prepared by optimized matrix formulation.

[Key words] Guyanxiao cataplasm; orthogonal design; matrix formulation

骨炎消巴布剂是由苗医熏蒸验方改剂型而来, 由大血藤、鸡血藤、飞龙掌血等药味组成,该验方为民间收集,在黔南、黔东南地区长期应用,现为贵阳中医学院附属医院经验方,临床主要用于风湿痹痛、半身不遂,主治骨性关节炎、股骨头坏死等,由于采用熏蒸的方式在临床使用不便,且处方量较大,故结合原方用药特点及给药途径等因素,将其剂型改良成巴布剂。在预试验基础上,本试验对巴布剂基质

[收稿日期] 20120805(004)

[基金项目] 贵州省中药现代化专项(黔科合中药字[2011]5013号);贵阳市中药现代化专项([2010]筑科农合同字第1-中13号);贵阳科技创新公共技术平台项目(2010筑科合同字第3-2)

[第一作者] 徐剑, 硕士, 副教授, 从事中药制剂研究, Tel:0851-5652056, E-mail:tw8489@126.com

[通讯作者] * 郑曙光, 主任医师, 硕士生导师, 从事中医基础、临床及民族医药研究, Tel: 13511924878, E-mail: zhshguang6610@sina.com

[15] 李咏华,黄裕,杨中铎,等. 高效液相色谱法测定巴戟天中低聚糖含量[J]. 药物分析杂志, 2007, 27(11):1797.

[16] 罗玺,唐庆九,张劲松,等. 灵芝多糖树脂法脱色工艺优化[J]. 食品科学, 2011, 32(16):5.

[17] Yang Z M, Yi Y T, Gao C C, et al. Isolation of inulin-type oligosaccharides from Chinese traditional medicine: *Morinda officinalis* How and their characterization using ESI-MS /MS [J]. J Separ Sci, 2010, 33(1):120.

[责任编辑 全燕]

处方中主要辅料比例进行优化,以制备外观、黏附性良好的样品。

1 材料

SHY02 型中药巴布剂成型机(天津大学),Bjl. 8 型中药巴布剂胶体混合机(天津大学),JA2003 型电子天平(上海良平仪器仪表有限公司),初黏力测试和持黏力测试装置(自制),聚丙烯酸钠(NP-700,昭和电工株式会社),聚丙烯吡咯烷酮 K90(PVP K90,天津天泰精细化学品有限公司),羧甲基纤维素钠(CMC-Na,中国成都金山化工试剂厂),酒石酸(上海试剂一厂),高岭土(广州环合化工有限公司),丙三醇(上海中博化工有限公司),甘羟铝(武汉市凯通精细化工有限公司),明胶(天津市福晨化学试剂厂),其余试剂均为分析纯。处方药材均购自贵州同济堂药店,经贵阳中医学院王祥培教授鉴定,均符合 2010 年版《中华人民共和国药典》一部相关项下要求。药材提取物为全方水提取、浓缩、干燥、粉碎即得。

2 方法与结果

2.1 正交试验设计^[1-3] 在预试验及参阅相关文献基础上,固定处方中明胶、酒石酸、甘羟铝的用量,以 NP-700、CMC-Na、丙三醇和二氧化钛的用量为考察因素,每因素选取 3 个水平,按 L₉(3⁴) 正交表进行试验,因素水平见表 1。

表 1 骨炎消巴布剂的基质配方正交试验因素水平 g				
水平	A NP700	B CMC-Na	C 丙三醇	D 二氧化钛
1	3	0.4	12	0.6
2	4	0.6	14	0.8
3	5	0.8	16	1.0

2.2 骨炎消巴布剂制备 称取明胶 0.8 g,加入 30 mL 蒸馏水,水浴加热溶胀,冷却后作 A;称取 PVP K90,CMC-Na 适量,加入 50 mL 蒸馏水,搅拌均匀作为 B 相;将 A 相加入至 B 相中,搅拌均匀,作为 C 相;称取丙三醇 16 g,酒石酸 0.144 g,甘羟铝 0.05 g,二氧化钛和 NP-700 适量研磨均匀后,加入到 C 相中,搅拌均匀得到骨炎消巴布剂膏体,均匀涂布于无纺布上,加盖保护膜,于室温放置 24 h,即得。

2.3 巴布剂评价指标 以初黏力、持黏力^[4]、感官评价(外观性状、皮肤舒适性、膏体残留性、皮肤追随性、反复揭帖性)为综合评价指标对其巴布剂进行评^[5-6]。以分数高低评定骨炎消巴布剂的优劣,见表 2。试验安排及结果见表 3,方差分析见表 4。

表 2 骨炎消巴布剂质量评价

指标	方法	评分
初黏力	《中国药典》附录 XII E 贴膏剂黏附力测定法 第一法	0 ~ 25
持黏力	《中国药典》附录 XII E 贴膏剂黏附力测定法 第二法	0 ~ 25
外观性状	外观均一,无不溶解颗粒、气泡	0 ~ 10
皮肤舒适性	软硬适中不紧绷,无刺激性	0 ~ 10
膏体残留性	揭帖后,膏面保持完整,皮肤无残留	0 ~ 10
皮肤追随性	贴于手腕上后,用力甩 10 次不掉	0 ~ 10
反复揭帖性	反复揭帖后,任然保持良好黏性	0 ~ 10

表 3 骨炎消巴布剂的基质配方正交试验安排

No.	A	B	C	D	初黏力 /号	持黏力 /s	感官 评价	综合 评分
1	1	1	1	1	18	28	34	79
2	1	2	2	2	24	40	35	94
3	1	3	3	3	21	29	36	85
4	2	1	2	3	17	34	35	83
5	2	2	3	1	19	37	40	93
6	2	3	1	2	13	38	30	75
7	3	1	3	2	15	25	34	74
8	3	2	1	3	12	38	25	68
9	3	3	2	1	14	21	23	56
K ₁	85.83	78.40	73.68	85.83				
K ₂	83.47	84.72	77.64	83.47				
K ₃	65.90	72.08	83.89	65.90				
R	85.83	78.40	73.68	85.83				

注:综合评分 = 25 × 初黏力钢球号/最大初黏力钢球号 + 25 × 黏力时间/最大持黏力时间 + 50 × 感官评价总分/最大感官评价总分。

表 4 综合评分方差分析

方差来源	SS	f	F	P
A	711.49	2	23.78	<0.05
B	239.61	2	8.06	
C	158.94	2	5.43	
D(误差)	33.76	2		

注:F_{0.05}(2,2) = 19。

由直观分析可知,各因素对试验结果的影响顺序为 A > B > C > D;以离差平方和最小的因素 D 为误差项进行方差分析^[7-8],结果因素 A 对巴布剂具有显著影响,因素 B, C 均无显著性影响,确定最佳处方为 A₁B₂C₃D₂,即 NP-700 3 g,CMC-Na 0.6 g,丙三醇 16 g,二氧化钛 0.8 g。

2.4 验证试验 称取 3 g 药材提取物,按优选的基

不同型号大孔树脂对金荞麦中有效成分的纯化工艺考察

盛华刚^{*}, 朱立俏
(山东中医药大学, 济南 250355)

[摘要] 目的:考察不同型号大孔树脂对金荞麦中有效成分的纯化效果。方法:以表儿茶素和金 E 的含量、浸膏率为指标,结合 HPLC 指纹图谱,选择最佳型号大孔树脂。结果:AB-8 型大孔树脂对表儿茶素洗脱率为 89.78%,对金 E 洗脱率为 93.04%。HPLC 指纹图谱共有峰面积比较表明 AB-8 型大孔树脂最适合用于金荞麦有效成分的纯化。结论:采用 AB-8 型大孔树脂纯化金荞麦中有效成分是可行的,且操作简单、稳定。

[关键词] 大孔树脂;金荞麦;纯化;指纹图谱

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)24-0041-04

Investigation of Purification Technology for Effective Constituents from *Fagopyrum dibotrys* by Different Types of Macroporous Resin

SHENG Hua-gang^{*}, ZHU Li-qiao
(Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Jinan 250355, China)

[Abstract] Objective: To investigate purification effect of different types of macroporous resin on effective constituents from *Fagopyrum dibotrys*. Method: With the content of epicatechin and mixture of proanthocyanidins tannic condensation, extract rate as indexes, optimum resin was selected by combining with HPLC fingerprint.

[收稿日期] 20120727(012)
[基金项目] 山东省高等学校科技计划项目(J11LF30)
[通讯作者] ^{*}盛华刚,讲师,博士,从事中药新制剂的研究,Tel:0531-89628590, E-mail: shenghuagang@sina.com

质处方制备 3 批胃炎消巴布剂,测定评价指标,结果综合评分分别为 93,92,94。表明所选处方及工艺稳定可行。

3 讨论

NP-700 是一种新型的合成高分子材料,是部分被中和的聚丙烯酸,是丙烯酸和丙烯酸钠的值键共聚物,在基质成型时必须先同多价金属离子交联反应,才能使膏体成型,具有一定的内聚力。NP-700 溶解速率>聚丙烯酸钠,且成型后各项指标均优于聚丙烯酸钠,故选择 NP-700 作为增黏剂。处方中甘羟铝能促进基质交联,增加凝胶层的内聚力,但用量过多,会使膏体黏性降低;酒石酸为交联调节剂,可控制胶凝时间,使巴布剂易于涂布。巴布剂基质中含有多种水溶性高分子化合物,需用一定量水溶胀溶解后,再按顺序加入搅拌混合,为便于各类基质混匀,温度控制在 35℃左右,温度过高会使粘性下降,水份蒸发过多,影响成型性。

[参考文献]

[1] 刘淑芝,郭春燕,金日显. 中药巴布剂研究思路与方法[J]. 中国实验方剂学杂志,2007,13(5):62.

[2] 张纪兴,王建平,朱峰,等. 均匀设计法优化跌打镇痛巴布剂的基质处方[J]. 中药材,2011,34(6):972.

[3] 许丛辉,李渊贞,张春霞,等. 中药巴布剂研究新进展[J]. 北京联合大学学报:自然科学版,2009,23(77):19.

[4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:附录 74.

[5] 白才堂,吕竹芬,谢清春,等. 正交试验优选竭红跌打巴布剂基质处方[J]. 中国药房,2011,10(31):2910.

[6] 李智勇,孙冬梅,杜建平. 均匀设计法优选癌痛巴布剂的基质处方研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(3):1.