

研究簡報与經驗交流

中藥膏藥的粘度規格及其工艺控制

北京医学院藥剂学教研組膏藥研究小組

膏藥*是祖国医药特有的剂型,具有悠久的历史,而現仍广泛应用于治疗上。炼制膏藥,由老工人凭經驗掌握火候,如果炼制不当,或“老”或“嫩”則成品不能使用。在一般气温下,“嫩”的膏藥貼敷人体后,楷底材料(即俗名膏藥壳)容易移动,使膏藥沾污衣服,而且在揭除时易留在皮肤上,不便清除;“老”的膏藥則性脆不粘,不能固着在皮肤上,但冬季則宜“嫩”,夏季則宜“老”。中藥工人凭經驗判断“老”、“嫩”的方法有二:(一)将膏藥一小块,用手拉扯之如成絲則为“嫩”,如脆断則为“老”;以能被拉长而在一定程度时折断为合适。(二)将膏藥貼于皮肤上,以能粘住而又能全部揭下为合适,不粘或貼上不易揭下而部分殘留在皮肤上为“老”“嫩”不当。“老”、“嫩”問題是膏藥制备工艺的关键性問題,中藥工人未經過长期的鍛炼不易掌握,因此如能为膏藥的炼制工艺,确立一些現代科学条件,則將有利于膏藥的生产。从物性来看,“老”、“嫩”問題似属粘度問題,因此研究中藥膏藥的制备工艺,首先要确立“老”“嫩”的客观标准,以此作为研究工艺条件的指标,以便进一步闡明或拟定工艺条件。

一、膏藥的粘度規格

有关膏藥的粘度标准,文献上沒有記載。各国藥典的硬膏項下也无类似的規定。苏联的藥学工作者曾經設計过一种測定硬膏剂粘度的方法^[1]。这种方法虽可从理論上来推算硬膏剂的粘度,但要求的条件比較复杂,不便于普遍应用。从膏藥的性质来看,类似工业上应用的瀝青。因此借用瀝青的規格,似可作为研究膏藥的粘度标准。瀝青的規格有三种,即針入度、延伸度及軟化点。通过不同“老”、“嫩”程度的膏藥样品的初步試驗,証明軟化点的变化最能反映“老”、“嫩”程度,同时軟化点的測定也比其他两法(針入度、延伸度)为簡便。因此选定以軟化点为膏藥的粘度标准。

实 驗 部 分

仪器 环球式軟化点測定仪**

样品 取自北京市各老藥鋪未加細料藥的膏藥及按同仁堂炼制方法制备的膏藥。

本文1961年10月收到。

* 中藥膏藥有多种类型,此指最常用的黑膏藥。

** 市售品,有統一規格,不再詳細說明。

對軟化點測定方法的檢查：

1. 軟化點反映不同“老”、“嫩”程度的幅度：取上述樣品，並經中藥工人經驗鑑定為“老”的、“嫩”的及適中的三種各一份，各測定其軟化點兩次，其結果如表1。

從表1中數值可以肯定軟化點能夠反映“老”、“嫩”程度。

2. 升溫速度對軟化點測定值的影響：根據試驗，軟化點顯然是受升溫速度的影響而改變的（見表2），溫度上升快，軟化點必高，這是因為膏藥的導熱性比水要差得

多的緣故。在測定膏藥軟化點時，應該確定最適的升溫速度。最適升溫速度應該是最能區別“老”、“嫩”的速度，同時也是便於實驗操作的速度。用兩樣品以不同的升溫速度，測定軟化點，其結果見表2。

表1 膏藥軟化點的初步測定

樣品	軟化點, °C	
	“老”	59.0
適中	54.0	54.2
“嫩”	47.3	47.0

表2 升溫速度與軟化點的變化

樣品號	軟化點, °C					
	升溫速度, °C/分鐘					
	2		3		4	
II	54.0	54.2	56.3	56.6	57.1	57.4
III	47.3	47.0	51.2	51.0	54.3	55.0
II, III 平均值之差	6.95		5.35		2.60	

表2說明升溫速度愈慢愈好，但是太慢則影響工作速度。所以確定升溫速度以每分鐘2°C為適當。

3. 測定值的精密度檢定：取同一樣品，由同一實驗者測定軟化點8次，根據8次測定值，計算精密度如下：

測定值	54.4	54.0	54.2	54.9
	54.7	54.8	55.7	54.6
算術平均值	54.66			
標準偏差	0.51			

4. 影響軟化點測定值的操作因素：樣品中夾雜的水分、氣泡對測定值有較大影響，必須注意避免。灌注樣品時，熔化溫度過高能使軟化點提高。熔化樣品不宜用直火加熱，可用水浴或油浴。油浴溫度在120°C以下，即可熔化“老”的樣品。

測定膏藥軟化點的操作規程：

根據以上實驗結果，說明軟化點可以作為膏藥的粘度標準，故按上述各項實驗擬訂操作規程如下：取均勻的樣品，用水浴或油浴熔化，傾入環球式軟化點測定儀的環內（注意熔化膏藥的溫度與環的溫度不能相差過大，以免環內樣品冷後收縮，與環脫離），在室溫放冷（約20分鐘），用熱藥刀切平，放在測定儀的架上，浸入燒杯水中，放置約15分鐘，使膏藥溫度與水溫相平。然後按每分鐘上升2°C的速度加熱，讀取球落到底板時的溫度。兩環之差允許在0.5°C以內，同一樣品測定兩次允許誤差在1°C以內。

膏药粘度规格的厘訂:

制訂膏药的粘度规格,必須建立在数百年的生产經驗上,在北京有許多熟練的中药老工人,繼承了某些老药鋪的历史經驗,确实能够掌握中药膏药的炼制标准,而且他們的鉴定标准基本上是一致的(从軟化点的測定得到証明)。把他們的炼制标准用軟化点反映出来,就可获得客觀的粘度标准。借这个标准也就能为沒有經驗的生产者較为容易地掌握膏药的炼制技术。探索老工人的經驗标准的办法为自制多种膏药,請几位老工人对同一样品凭經驗判定其“老”、“嫩”或“适用”,然后測定軟化点,結果見表 3。

表 3 膏药样品軟化点的測定結果与經驗标准的对照

样品号 No.	軟化点 °C	經驗标准		
		宏仁堂	同仁堂	永仁堂
9	44.0	嫩	嫩	嫩
18	46.2	适用	冬季适用	适用
2	46.5	适用	冬季适用	适用
3	47.6	适用	冬季适用	适用
26	48.6	适用	适用	适用
23	48.8	冬季适用	夏适冬老	——
1	49.5	夏适冬老	夏适冬老	适用
24	49.5	适用	适用	适用
14	49.8	夏用稍老	夏适冬老	夏适冬老
22	50.0	夏用稍嫩	适用	适用
11	50.1	夏 适	夏用稍嫩	适用
15	51.4	适用	适用	适用
13	53.0	适用	夏适冬老	适用
10	53.5	夏 适	老	适用
16	54.0	适用	适用	适用
5	56.1	适用	夏用稍老	夏适冬老
4	57.7	老	夏嫩冬适	老
9	59.8	老	老	老

从表 3 可以看出經驗标准基本一致,但对个别样品是有所出入的。軟化点与經驗标准之間,确有一定关系,甚至能够区别气温改变后的情况下最适用的軟化点范围。

膏药的粘度规格:根据上述实验結果,軟化点范围在 46—55°C 之間者为合格。夏季(北京气温)适用者为 50—55°C,冬季(北京气温)适用者为 46—49°C。

二、膏药粘度的工艺控制

膏药工艺,按照北京市中药工人所最常用的方法,可以分为煎药去滓、炼油、下丹成膏、去火毒及摊涂等步骤,与文献記載方法^[2,3]大体相同。我們选择北京市同仁堂制药厂的方法为研究对象。这个方法已有文献詳細記載^[4],不再重述。在实际生产工作中,整个炼制过程都由老工人凭經驗掌握,值得注意的問題是如何掌握“老”、“嫩”,也就是膏药粘度的工艺控制問題。过去有人在向工人学习的基础上对膏药的生产工艺提出了一些具体的操作条件^[2,4]。例如熬枯去滓的时间为 18—20 分钟,温度为 200—220°C。熬炼油的时间为 7—12 分钟,温度 320—360°C。但是系統闡明膏药工艺条件的資料,目前尚未見到,

如能了解膏藥粘度的變化規律,確定一些現代科學的工藝條件,將有助於工業生產。

實驗部分

原料 按照同仁堂標準採用麻油為原料,所用的油共二批,皂化價各為 189.4 及 188.1, 碘價各為 106 及 107.8。皆為淺茶色具有特殊臭味的油狀液體。

鉛丹含 Pb_3O_4 86.26%, 系橙黃色質重之粉末狀物,經中藥工人鑑定認為可用。應用前加熱除去水分。

實驗操作:

取定量麻油置有柄瓷質坩堝內,直火加熱,以 360°C 水銀溫度計觀察溫度變化,時時攪拌,加熱至一定溫度與一定時間後停火,立即下丹,在 2—4 分鐘之間全部加完,放冷,測定軟化點。

表 4 反應溫度與恆溫時間對軟化點的影響

反應溫度, $^{\circ}\text{C}$	軟化點, $^{\circ}\text{C}$					
	恆溫時間, 分鐘					
	5	10	15	20	30	40
355	54.5	55.7	57.3	65.55	—	—
345	50.4	52.3	52.5	54.6	57.8	—
335	50.0	51.0	51.7	53.2	55.5	57.4
305	49.8	50.4	51.1	51.6	52.5	54.9
295	49.7	50.2	—	50.7	51.4	51.3
285	48.8	48.4	49.2	49.5	49.6	49.9

控制條件及結果:

1. 反應溫度及加熱時間對軟化點的影響: 按照同仁堂方法,用油 15 斤 (240 兩) 加丹 100 兩,計油與丹用量之比為 2.4:1。但是在熬枯去滓階段損失的油,約在 12% 左右*, 因此實際的油丹比例為 2.16:1。北京市其他藥廠如宏仁堂在藥料比較少的膏藥中,所用油丹比例量為 2:1。因此在研究溫度作為粘度變化的因素時,油丹比例量定為 2:1。每次實驗取麻油 50 克與丹 25 克。先將油加熱至一定溫度,並在該溫度下保持一定時間。然後下丹成膏,測定軟化點,結果列如表 4 並作圖 1。

從圖 1 可以看出,反應溫度低,恆溫時間的長短(即煉油時間)對軟化點的影響小,反之則大。反應溫度在 $305-335^{\circ}\text{C}$ 之間,溫度

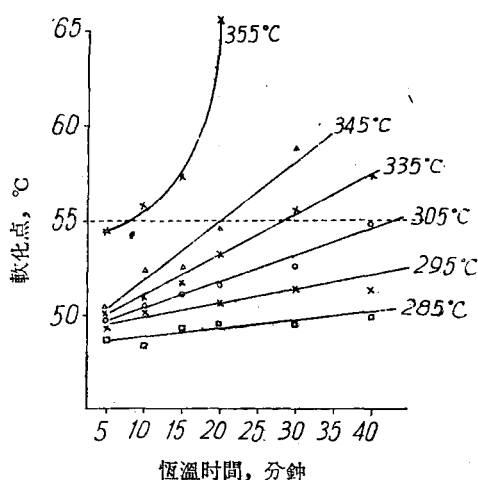


圖 1 反應溫度與恆溫時間對軟化點的變化

* 通過膏藥研究的另一部分工作獲得的數據。

改变对软化点的影响较小。

2. 熬枯去滓操作对软化点的影响:选取黄连、甘草等 9 种生药*, 各按熬枯去滓标准, 置油内熬至外部深褐, 里面焦黄, 滤去药滓, 其熬枯时间与温度各药不一致, 在 206—255℃ 之间, 时间为 7—18 分钟之间。混合各油, 用 305℃ 作为反应温度, 采取不同恒温时间炼制膏药, 油丹比例仍为 2:1。成品的软化点与未经生药熬枯处理的油在同样条件下制得的膏药的软化点比较如表 5, 并制成图 2。

表 5 熬枯去滓前后软化点℃的比较

	软 化 点, °C					
	恒 温 时 间, 分 钟					
	5	10	15	20	30	40
用未经熬枯去滓处理的油熬成的膏药	49.8	50.4	51.1	51.6	52.5	54.9
用熬枯去滓处理的油熬成的膏药	50.0	50.9	50.3	52.6	52.7	54.0

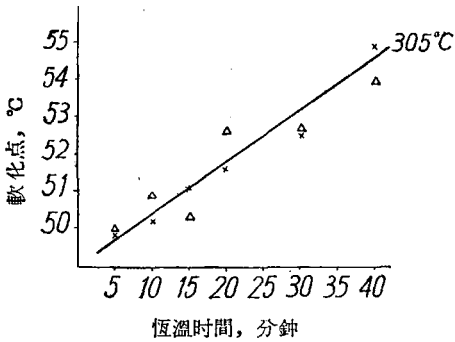


图 2

▲ 加热熬枯后的油; × 未经处理的油

从表 5 看出, 两种情况的软化点大体接近, 最大差异为 1.0℃, 最小为 0.2℃。从图 2 中可以看出, 经过加热熬枯的油其产品的软化点规律性较差。

3. 改变丹油比例对软化点的影响: 在生产工作中, 丹油比例不都一致, 选取不同比例, 观察其软化点变化如表 6, 并制成图 3。

从图 3 中可以看出软化点变化曲线有平坦部分, 说明在此范围内, 丹量的改变对软化点的影响不大。表中带“*”号的软化点虽然

表 6 丹油比例对软化点的影响

反应温度 °C	软 化 点, °C					
	丹 油 比 例 量, 丹/油					
	5/16	6/16	7/16	8/16	9/16	10/16
345	47.5*	54.5	53.9	54.3	65.1	72.9
315	34.0	47.0*	51.5	52.7	54.6	64.3
285	28.0	42.2	48.4*	46.9	48.1	56.0

[注] 恒温时间10分钟。

在合格范围, 但其膏药外观甚软, 如凡士林样, 说明以软化点为标准只适用于正常的膏药生产, 如果用丹量太少与反应温度太低, 则软化点不能代表膏药的品质标准。在这种情况下, 渗青规格的另一标准针入度可以区别成品性质。由于实际工作上没有这种需要, 因此

* 中药厂炼制膏药均用生药, 这一点和吴师机: 理论论文(人民卫生出版社影印本, 1955年)所述相同。

有关針入度的数据均未載入本文。

討論:

1. 在制备膏藥的炼油过程中,老工人系凭經驗看油面揮发的烟色浓淡来判断炼油程度,經初步測量温度总是在 320℃ 以上,但是变化幅度較大。有的工人在炼油时采用較高的温度,但在离火加丹之前,又将其稍稍放冷,然后下丹。放冷程度也凭經驗

表 7 炼油損失量

溫度, °C	損失量, %
355	19
345	6.9
315	2.3
285	0.9

[注] 恆溫時間 10 分鐘。

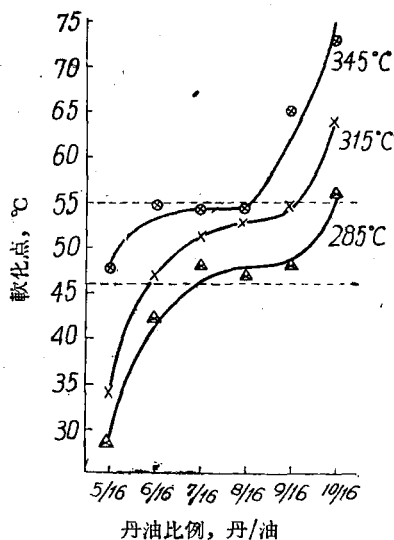


图 3 丹油比例对軟化点的变化

驗,有时可冷却到 300℃ 左右。从軟化点与温度的关系来看,这样操作可以制得合格产品。但是油經高温加热,損失很大。我們从小量測定的結果得到数据如表 7。

从图 1 中可为制备軟化点在一定范围内的产品,甚至为获得夏季或冬季适用的产品指出适当的温度与恆溫時間。在图 1 中虛綫以下的部分都可以选用。反应温度为 355℃ 的不适于选用。温度愈低,恆溫時間对軟化点的影响就愈小,并且发现温度在 305—335℃ 之間,温度改变对于軟化点的影响很小,这为大量生产提供了有益的資料。因为在大量生产中控制温度比較困难,如果温度变动有 20—30℃ 的幅度而又不影响質量,則在实际生产中,将是容易做到的工艺条件了。

2. 在市售的膏藥成品中曾加有許多藥品。摻入藥品的方式可分为粗料藥与細料藥两种。粗料藥属于熬枯去滓部分,細料藥为炼制后直接摻入部分。这些成分的加入对于膏藥的粘度是否会有影响? 根据图 2,粗料藥对于膏藥的粘度沒有显著的影响,細料藥肯定是会有一定影响的。但是炼制膏藥过程中,判定“老”、“嫩”按习惯都是在摻入細料藥以前,因此細料藥对“老”、“嫩”的影响已經在經驗中加以估計到了。并且細料藥多属貴重藥品或作用強烈的藥品,用量不会太多,对于膏藥的粘度影响不大,同时有的膏藥并不用細料藥的。因此可以肯定粗料藥与細料藥对膏藥的粘度,不发生显著的影响。

3. 丹的用量,即丹油比例,对于膏藥的粘度有影响。从图 3 的曲綫看出,曲綫有比較平坦的部分,也有比較陡直的部分,在丹的用量上,一般不会考虑要多用;因此不必考虑由于丹量多而使膏藥太老。如果有个别处方規定了太多的丹量,也可以选择較低反应温度来控制軟化点而制得合格产品。曲綫的平坦部分是值得注意的地方,在这一部分,丹量的增減对軟化点的影响不大,这給節約原料提供一些參考資料:反应温度愈高,愈能少用原料,但是在 345℃ 时丹油比例不能少于 6/16, 315℃ 时不能少于 7/16, 285℃ 时不能少于 8/16。中藥膏藥生产中选用丹油比在 8/16 左右,这是很科学的。这个比例使生产最易获得合格产品。

以上工作仅就以麻油为原料炼制膏药来观察其工艺条件的。有的膏药处方用棉子油或菜油^[3]，则软化点规律肯定会有改变。我们的工作中没有包括这部分内容。

三、結 論

通过实验，肯定用环球式软化点测定仪测定软化点的方法作为衡量膏药“老”、“嫩”程度的标准。合格的膏药其软化点在 46—55°C。

膏药的“老”、“嫩”程度随油与丹的反应温度、油加热的時間及油与丹的比例量而改变，并且有相当的规律性。利用这些规律，可以保证产品质量。例如丹油比例为 1:2 时，反应温度在 285—345°C，恆温 5—10 分钟，即可制得合格产品。

通过实验也证明中药工人炼制膏药的丰富经验是能够指导生产的，但这种经验需要长期锻炼才能掌握，对于经验不足的工作者，有了这些明确的科学条件，将有利于进行生产。

参 考 文 献

- [1] Колташев, Н. Г., Марацулева, Г. В., *Аптеч. Дел.*, 1957, 6 (2), 14.
- [2] 南京药学院药剂学教研组, 药剂学, 人民卫生出版社, 1960, 316 页。
- [3] 秦伯未、张赞臣, 常用丸散膏丹手册, 上海卫生出版社, 1956, 97—117 页。
- [4] 轻工业部医药工业管理局, 中药成药配制经验介绍, 轻工业出版社, 1956, 96—98 页。

THE VISCOSITY PARAMETER OF CHINESE EMPLASTRUM AND ITS TECHNICAL CONTROL

Emplastrum Unit, Department of Pharmacy, Peking Medical College

ABSTRACT

The ring and ball method of softening asphalts was suggested as the viscosity parameter for Chinese emplastrum. It was found that emplastrum had the optimal softening point of 46—55°C. Proper products could be obtained with the use of litharge and sesame oil in the proportion of 1:2, and heating of the mixture at 285—345°C for 5 to 10 minutes.