

正交试验优化人参提取物带式干燥工艺的研究

武景路, 于国江, 王月辉, 王青, 陈红专
石家庄以岭药业股份有限公司, 河北 石家庄 050035

摘要: 目的 采用正交试验法优化人参提取物的带式干燥工艺。方法 以人参皂苷 Rb₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rg₁ 总量和提取物收率为考察指标, 选择加热板温度、履带速度、进料速度为考察因素, 采用 L₉(3⁴) 正交试验确定人参提取物最佳带式干燥工艺。结果 最佳干燥工艺条件是: 加热板温度 110 °C, 进料速度为 25 L/h, 履带速度为 180 mm/min。结论 带式干燥所得提取物含量高, 收率稳定, 适用于大规模生产。

关键词: 人参提取物; 人参皂苷 Rb₁; 人参皂苷 Re; 人参皂苷 Rg₁; 带式干燥

中图分类号: R284.2; R286.02 文献标志码: A 文章编号: 1674-5515(2014)01-0045-03

DOI: 10.7501/j.issn.1674-5515.2014.01.010

Belt drying process for ginseng extract by orthogonal test

WU Jing-lu, YU Guo-jiang, WANG Yue-hui, WANG Qing, CHEN Hong-zhuan
Shijiazhuang Yiling Pharmaceutical Co., Ltd., Shijiazhuang 050035, China

Abstract: **Objective** To optimize the belt drying process for ginseng extract using orthogonal test. **Methods** Taking the contents of ginsenoside Rb₁, ginsenoside Re, ginsenoside Rg₁, and extract yield as indexes, as well as heating plate temperature, track speed, and feeding speed as factors, the best belt drying process of ginseng extract was determined using L₉(3⁴) orthogonal test. **Results** The optimal drying process conditions were as follows: heating plate temperature of 110 °C, feeding speed of 25 L/h, and track speed of 180 mm/min. **Conclusion** The extracts content is high and the yield is stable, which is suitable for mass production.

Key words: ginseng extract; ginsenoside Rb₁; ginsenoside Re; ginsenoside Rg₁; belt drying

人参提取物系用五加科植物人参 *Panax ginseng* CA Mey. 的干燥根及根茎粗粉经 70% 乙醇提取、浓缩、干燥而得。本品含有多种人参皂苷, 具有增强人体表面细胞活力、抗氧化、抗衰老、增强记忆力等药理作用^[1-2]。人参浸膏采用喷雾干燥时, 由于温度高, 导致热敏性物质易被破坏^[3]; 冷冻干燥技术成本高^[4]; 采用烘箱干燥烘干时间长, 均匀性差, 不符合 GMP 要求^[5]。真空带式干燥技术是近几年兴起的新技术, 用于中药行业可以解决浸膏难以干燥的问题。并且采用带式干燥时, 产品在整个干燥过程中处于连续、真空、封闭环境^[6], 干燥过程温和, 产品温度可控制在 50~80 °C, 对于那些类似于人参提取物的具有热敏性、热塑性的天然提取物制品, 可以最大限度地保证产品质量, 得到高质量、低成本的最终产品。

1 仪器与材料

TJA—5 型多功能提取罐、BVD—450 型真空带式干燥机 (温州金榜机械设备有限公司), WZI—2000 型单效蒸发器 (云南昆船制药设备有限公司), 安捷伦 1200 型高效液相色谱仪、安捷伦化学工作站、G1314B 紫外检测器 (安捷伦科技有限公司), XP205 型十万分之一电子分析天平 (Mettler 公司)。

人参药材由安国以岭中药饮片有限公司提供, 经河北省药品检验所刘振法主任药师鉴定为正品; 人参皂苷 Rb₁ (批号 110704-201223)、人参皂苷 Re (批号 110754-201324)、人参皂苷 Rg₁ (批号 110703-201128) 对照品均由中国食品药品检定研究院提供; 乙腈为色谱纯, 水为纯净水, 其他试剂均为分析纯。

收稿日期: 2013-09-25

作者简介: 武景路 (1984—), 男 (满族), 河北省青龙县人, 理学学士学位, 助理工程师, 从事中药品种的生产工艺研究与改进研究。

Tel: (0311)85901742 E-mail: wujinglu2004@126.com

2 方法与结果

2.1 人参提取物的制备

取 100 kg 人参药材, 加 8 倍量 70% 乙醇回流提取 3 次, 时间分别为 3、2、1 h, 提取液滤过, 合并, 回收乙醇至无醇味, 得浸膏, 干燥, 即得。

2.2 因素水平的确定

根据以往实验, 真空度越大, 越容易干燥, 对产品的质量越好, 所以在真空度为 -0.1 MPa 条件下进行实验。根据前期考察结果, 选用影响干燥效果的 3 个主要因素: 履带速度 (A)、加热板温度 (B) 和进料量 (C)。每个因素各选取 3 个水平, 采用正交表 $L_9(3^4)$ 进行正交试验, 各因素和水平的设计见表 1。

表 1 因素与水平
Table 1 Factors and levels

水平	因素		
	A/(mm·min ⁻¹)	B/°C	C/(L·h ⁻¹)
1	160	90	15
2	180	100	20
3	200	110	25

2.3 人参皂苷的 HPLC 法测定^[7]

2.3.1 色谱条件 色谱柱为 Agilent Zorbax SB-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-甲醇-0.5%冰醋酸溶液 (19:67:14), 梯度洗脱, 0~35 min, 19%A, 35~55 min, 19%→29%A, 55~70 min, 29%A, 70~100 min, 29%→40%A; 检测波长 203 nm; 体积流量 0.33 mL/min; 柱温 30 °C。

2.3.2 对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷 Rg₁、Re、Rb₁ 对照品适量, 加甲醇制成质量浓度均为 0.2 mg/mL 的混合溶液, 摇匀, 即得。

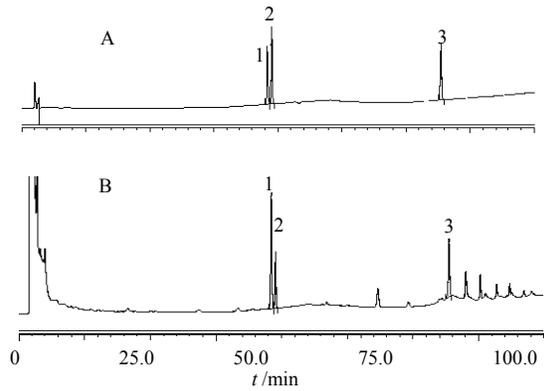
2.3.3 供试品溶液的制备 取人参提取物约 1 g, 精密称定, 置 5 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.3.4 测定 分别精密吸取混合对照品溶液 10 μL 和供试品溶液 10~20 μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。色谱图见图 1。

2.4 收率的计算

精密称定带式干燥后人参提取物约 5 g, 置 105 °C 烘箱中干燥至恒定质量, 置于干燥器中冷却 30 min, 称定质量并计算提取物收率。

人参提取物收率=人参提取物质量/投料量



1-人参皂苷 Rg₁ 2-人参皂苷 Re 3-人参皂苷 Rb₁
1-ginsenoside Rg₁ 2-ginsenoside Re 3-ginsenoside Rb₁

图 1 混合对照品 (A) 和供试品 (B) 的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of mixed reference substances (A) and sample (B)

2.5 正交试验结果及数据分析

按照 $L_9(3^4)$ 正交试验设计 9 组试验, 以人参皂苷总量和提取物收率为指标, 采用综合评分法进行数据统计分析, 结果见表 2。

综合得分=(人参皂苷质量分数/人参皂苷质量分数最大值)×80%×100+(人参提取物收率/人参提取物收率最大值)×20%×100

对正交试验结果进行方差分析, 结果见表 3。

由极差分析可知, 各因素对实验的影响程度大小顺序为: A>C>B, 由方差分析结果可知, 各因素对实验均有显著性差异, 故综合考虑, 最终的干燥工艺为 A₂B₃C₃, 即加热板温度 110 °C, 履带速度为 180 mm/min, 进料量为 25 L/h。

2.6 验证试验

为进一步考察优选工艺的可靠性、稳定性, 各取 100 kg 人参, 按照优选工艺 A₂B₃C₃ 进行干燥, 处理方法同上, 结果见表 4, 可以看出优选工艺具有良好的稳定性。

3 讨论

利用真空带式干燥进行人参浸膏的干燥, 节省时, 工艺简单、易操作, 为人参浸膏的干燥提供一种方法依据, 具有一定的推广价值。本实验综合考虑含量与收率, 选择权重系数分别为 0.8、0.2, 采用综合评分法来考虑各个指标对实验结果的影响, 弥补了单一指标对干燥工艺进行优化所达不到的结果, 从而使结果更加可靠。

表2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test

试验号	A	B	C	D (空白)	人参皂苷 Rg ₁ /%	人参皂苷 Rb ₁ /%	人参皂苷 Re/%	总量/%	收率/%	综合得分
1	1	1	1	1	1.16	2.25	1.35	4.76	27.16	79.66
2	1	2	2	2	1.25	1.95	1.32	4.52	27.60	76.64
3	1	3	3	3	0.73	2.76	0.94	4.43	30.50	77.02
4	2	1	2	3	0.96	3.02	0.84	4.82	35.80	85.25
5	2	2	3	1	1.26	3.42	1.21	5.89	24.65	93.62
6	2	3	1	2	1.25	2.54	0.76	4.55	36.20	81.80
7	3	1	3	2	1.21	2.56	1.26	5.03	29.50	84.62
8	3	2	1	3	1.18	2.46	1.24	4.88	27.50	81.48
9	3	3	2	1	0.83	1.84	1.18	3.85	32.50	70.25
K ₁	233.32	249.52	242.93	243.52						
K ₂	260.66	251.73	232.13	243.06						
K ₃	236.34	255.26	255.26	243.74						
R	27.35	5.74	23.12	0.68						

表3 方差分析

Table 3 Analysis of variance

离差来源	离差平方和	自由度	均方	F 值	P 值
A	149.84	2	74.92	1 842.13	P<0.01
B	5.58	2	2.79	68.59	P<0.05
C	89.24	2	44.62	1 097.08	P<0.01
D (误差)	0.08	2	0.04		

F_{0.05}(2,2)=19.00 F_{0.01}(2,2)=99.00

表4 验证试验

Table 4 Verification test

批号	人参皂苷 Rg ₁ /%	人参皂苷 Rb ₁ /%	人参皂苷 Re/%	总和 /%	收率/%
1	1.19	3.38	1.21	5.78	28.5
2	1.20	3.40	1.19	5.79	29.4
3	1.18	3.42	1.22	5.82	29.7

真空带式干燥在干燥过程中具有连续性、密闭性,生产效率有很大提高。然而,带式干燥作为最近几年新兴的干燥方式,应用并不广泛,主要原因,一方面由于带式干燥在清洁方面存在差距,设备盲

区较多,在一定程度上不能满足 GMP 要求;另一方面中药浸膏往往为复方制剂,非单一制剂,浸膏的性状千差万别,如浸膏的黏度、含水率等对设备的工艺参数要求较高,限制了带式干燥技术的应用。不过,随着科技的进步,对真空带式干燥设备的研究也会越加深入,存在的问题也会一一解决,使之在中药领域的应用更加广阔。

参考文献

- [1] 石揪鸣. 人参皂苷的药理作用研究进展 [J]. 中国药房, 2010, 21(31): 2967-2969.
- [2] 周 玥, 姜 蓉, 姚 欣, 等. 人参皂苷 Rg₁ 在造血干/祖细胞连续移植中抗细胞衰老的作用机制 [J]. 中草药, 2013, 44(21): 3011-3017.
- [3] 徐成海, 张世伟, 关奎之. 真空干燥 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 141.
- [4] 程建明, 郭 萌. 苦苣粉针剂的冷冻干燥工艺研究 [J]. 中草药, 2005, 36(2): 210-212.
- [5] 张 懋, 张 鹏. 食品干燥新技术的研究进展 [J]. 食品与生物技术学报, 2006, 25(2): 115-119.
- [6] 刘 俊. 中药浸膏专用真空带式干燥机的研制 [J]. 化工装备技术, 2005, 26(3): 10-12.
- [7] 中国药典 [S]. 一部. 2010:8.