

- the research of medical sciences [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中草药), 1997, 19 (12): 40-41.
- [2] Shi Z Q, Shi R F, Fan Y G, et al. Application of polymer adsorbent in extraction of medical herbals [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2001, 32 (7): 660-662.
- [3] Tu P F, Jia C Q, Zhang H Q. The application of macroporous adsorption resin on new drug research and production of TCM [J]. *World Sci Tech: Mod Tradit Chin Med* (世界科学技术: 中医药现代化), 2004, 6 (3): 22-28.
- [4] Ling N S, Liu Z Q, Li L, et al. Analysis of benzene-series residues in D-101 macroporous resin used for TCM [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33 (2): 122-124.

丹参浸膏真空带式干燥工艺的研究

曾 艳, 刘雪松, 陈 勇, 瞿海斌, 程翼宇*

(浙江大学 中药科学与工程学系, 浙江 杭州 310027)

摘 要:目的 研究并确定丹参浸膏真空带式干燥的最佳工艺条件。方法 采用正交试验法和多指标综合评分法, 以丹参浸膏干燥产品含水率和丹参浸膏干燥速率为考察指标, 对影响丹参浸膏真空带式干燥过程的因素进行考察。结果 丹参浸膏真空带式干燥的最佳工艺条件为丹参浸膏含水率 40%, 丹参浸膏进料速率 1.5 mL/s, 输送带速率 5 cm/min。结论 采用真空带式干燥工艺生产丹参浸膏干燥颗粒, 干燥产品含水率低, 干燥速率快。

关键词:丹参; 真空带式干燥; 正交试验; 多指标综合评分法

中图分类号: R284.2; R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2006)02-0196-03

Optimization for vacuum belt drying process of *Radix Salvia Miltiorrhiza* extract

ZENG Yan, LIU Xue-song, CHEN Yong, QU Hai-bin, CHENG Yi-yu

(Department of Chinese Medicine Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China)

Abstract: **Objective** To select the optimum conditions of the vacuum belt drying process of *Radix Salvia Miltiorrhiza* (RSM) extract. **Methods** The process was studied by using orthogonal test design and grading method for multi-index on the parameters of the water content of dried product and drying rate of RSM extract, the average quantity of vapour during unit time span, as the index. **Results** The optimum process determined by the grading method was listed as follows: water content of the extract before drying was 40%, the feeding speed was 1.5 mL/s, the belt speed was 5 cm/min. **Conclusion** This technology can increase the average quantity of vapour during unit time span and the drying product has high quality with lower water content and desirable drying rate.

Key words: *Radix Salviae Miltiorrhizae* (RSM); vacuum belt drying; orthogonal test; grading method for multi-index

丹参具有祛瘀止痛、活血通经等功效, 为内科及妇科常用中药。目前上市的丹参制剂有片剂、胶囊剂、丸剂等, 其生产过程均离不开干燥过程。常用的干燥技术有喷雾干燥、柜式干燥等, 由于浸膏黏性高、易结团及热敏性等特点, 采用这些方法干燥时易出现粘壁、损耗大等诸多问题^[1], 直接影响到丹参制剂产品的使用、质量、外观和成本, 因此研究适于丹参浸膏的高效干燥方法具有重要的现实意义。真空带式干燥技术具有干燥温度低、操作环境封闭、连续化生产等特点^[2], 已在食品工业等领域得到广泛应用。本实验使用正交试验设计^[3]和多指标综合评分

法^[4], 研究确定丹参浸膏真空带式干燥的最佳工艺条件。

1 材料与方法

1.1 仪器与材料: 真空带式干燥机组(由本实验室研制, 输送带长 5.2 m, 筒体直径 0.7 m, 计算机控制), AB204—N 电子天平(Mettler-Toledo), NDJ—8S 黏度计(上海精密仪器仪表有限公司), DHJ—9123A 电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏设备有限公司), 干燥器(直径 35 cm)。丹参浸膏由杭州正大青春宝药业有限公司提供。

1.2 实验方法

收稿日期: 2005-07-22

基金项目: 国家“十五”科技攻关计划(2004BA721A44)

* 通讯作者 程翼宇 Tel: (0571) 87952509 E-mail: chengyy@zju.edu.cn

1.2.1 实验参数选择:影响真空带式干燥效果的主要因素有浸膏含水率、浸膏进料速率、浸膏进料温度、输送带速率、加热区温度、冷却区温度和真空度。实验过程中,首先根据经验选择丹参浸膏的进料温度为 40℃。由于丹参浸膏在真空条件下加热干燥极易发泡,因此真空带式干燥机组的加热系统选择 3 个加热区段(加热区 1、2、3)对浸膏进行独立加热。可适当降低加热区 1 的温度,以减小丹参浸膏的发泡程度,故选择加热区 1 温度为 80℃。为避免丹参浸膏在降速干燥阶段的物料过热现象,选择加热区 2 温度为 95℃,加热区 3 温度略低,为 90℃。根据实验经验,选择冷却区温度为 25℃。基于干燥的基本原理^[5,6],真空度越低越有利于中药浸膏的干燥,且干燥产品的质量越好,故选择真空度近于-0.1 MPa。真空带式干燥适用于含水率为 40%~20% 的中药浸膏的干燥,故实验中选择了浸膏含水率 30%、35%、40% 3 个水平进行测试。考虑到若浸膏进料速率过大,料层厚,干燥不完全,会影响干燥产品的质量,而若浸膏进料速率过小,进料螺杆泵在泵送浸膏时会带入空气,同样影响干燥产品的质量,故选择浸膏进料速率为 0.5、1、1.5 mL/s 3 个水平,输送带速率选择 5、10、15 cm/min 3 个水平进行测试。

1.2.2 丹参浸膏真空带式干燥工艺优化:选择对实验结果影响较大的浸膏含水率(A)、浸膏进料速率(B)和输送带速率(C)这 3 个因素进行考察,每个因素取 3 个水平,具体设置见表 1。以丹参浸膏干燥产品含水率和丹参浸膏干燥速率为考察指标,采用正交表 $L_9(3^4)$ 进行试验,并对结果进行统计分析处理。

表 1 因素水平

Table 1 Factors and levels

水平	因素		
	A/%	B/(mL·s ⁻¹)	C/(cm·min ⁻¹)
1	30	0.5	5
2	35	1	10
3	40	1.5	15

1.2.3 水分的测定^[8]:取丹参浸膏干燥产品 2~5 g,平铺于干燥至恒重的扁形称量瓶中,厚度不超过 10 mm,精密称定质量,打开瓶盖在 105℃干燥 5 h,将瓶盖盖好,移至干燥器中,冷却 30 min,精密称定质量,再在上述温度干燥 1 h,冷却,称重,至连续两次称重的差异不超过 0.3 mg 为止。根据减失的质量,按下式计算丹参浸膏干燥产品含水率。

$$\eta = \frac{m_1 - m_0}{m_0}$$

式中 η 为丹参浸膏干燥产品含水率, m_1 为加热恒重前丹参浸

膏干燥产品的质量, m_0 为加热恒重后丹参绝干浸膏的质量。

2 结果与讨论

2.1 干燥工艺参数对干燥产品含水率的影响:以丹参浸膏干燥产品含水率为考察指标,采用正交表 $L_9(3^4)$ 进行试验,并对丹参浸膏干燥产品含水率进行统计学处理,结果见表 2。

表 2 以丹参浸膏干燥产品含水率为指标的

$L_9(3^4)$ 正交试验结果

Table 1 Results of $L_9(3^4)$ orthogonal test of water content taking dried product of RSM extract as index

试验号	A	B	C	产品含水率/%
1	1	3	3	7.30
2	1	2	2	5.60
3	1	1	1	4.30
4	2	3	2	6.90
5	2	2	1	4.70
6	2	1	3	3.80
7	3	3	1	3.30
8	3	2	3	7.50
9	3	1	2	4.90
K_1	17.2	13.0	12.3	
K_2	15.4	17.8	17.4	
K_3	15.7	17.5	18.6	
极差	0.6	1.6	2.1	

从极差比较得知,各因素对丹参浸膏干燥产品含水率的影响程度依次是 $C > B > A$ 。输送带速率对丹参浸膏干燥产品含水率的影响较大,浸膏含水率对丹参浸膏干燥产品含水率的影响不显著,可考虑忽略浸膏含水率对丹参浸膏干燥产品含水率的影响。对各因素指标求和分析得知,生产工艺的最佳组合是 $A_2B_1C_1$,即丹参浸膏含水率 35%,浸膏进料速率 0.5 mL/s,输送带速率 5 cm/min。经实验验证,在此工艺参数条件下干燥丹参浸膏,丹参浸膏干燥产品的含水率为 3.28%,低于实验中其他参数条件下的干燥产品含水率,因此符合上述分析结果。

2.2 干燥工艺参数对丹参浸膏干燥速率的影响:以丹参浸膏干燥速率(即单位时间蒸发的水分质量)为考察指标,采用 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验,并对丹参浸膏干燥速率做统计学处理,结果见表 3。

从表 3 中的极差比较得知,各因素对丹参浸膏干燥速率结果的影响程度依次是 $B > A > C$ 。浸膏进料速率对丹参浸膏干燥速率影响较大,浸膏含水率和输送带速率对丹参浸膏干燥速率影响不显著,故可忽略浸膏含水率和输送带速率对丹参浸膏干燥速率的影响。对各因素指标求和分析得知,生产工艺的最佳组合是 $A_3B_3C_1$,即浸膏含水率 40%,浸膏进料速率 1.5 mL/s,输送带速率 5 cm/min。经实验验证,在此工艺参数条件下干燥丹参浸膏,丹参浸膏干燥

表 3 以丹参浸膏干燥速率为指标的 $L_9(3^4)$ 正交试验结果

Table 3 Results of $L_9(3^4)$ orthogonal test of drying rate as index

试验号	A	B	C	干燥速率/($\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$)
1	1	3	3	1.80
2	1	2	2	1.24
3	1	1	1	0.62
4	2	3	2	2.16
5	2	2	1	1.53
6	2	1	3	0.78
7	3	3	1	2.60
8	3	2	3	1.60
9	3	1	2	0.84
K_1	3.66	2.24	4.75	
K_2	4.47	4.37	4.24	
K_3	5.04	6.56	4.18	
极差	0.458	1.442	0.19	

速率为 2.6 kg/h, 大于实验中其他参数条件下的干燥速率, 符合上述分析结果。

2.3 多指标综合评分法^[4]: 最佳干燥工艺条件应在满足丹参浸膏干燥产品质量的前提下达到最大的干燥速率。在多指标的优化实验中, 指标之间可能会相互矛盾, 即在一个指标得到优化的同时, 可能会对另一个指标产生相反的作用, 所以, 在优化的过程中需要对各个指标进行综合考虑和权衡。本实验采用多指标综合评分法, 通过对丹参浸膏干燥产品含水率和丹参浸膏干燥速率进行综合考虑和权衡得出最佳干燥工艺条件。评分标准: 当丹参浸膏干燥产品含水率小于等于 5% 时, 定义指标分数为 50 分, 当丹参浸膏干燥产品含水率大于 5% 时, 定义指标分数为 0 分; 以丹参浸膏干燥速率均值为基准, 每项指标值和均值相减, 其差值和 50 分合计为丹参浸膏干燥速率指标得分。丹参浸膏干燥产品含水率指标得分和丹参浸膏干燥速率指标得分相加为最后总得分。数据分析结果见表 4。

根据表 4 中多指标综合评分分析结果, 综合考虑丹参浸膏干燥产品含水率指标和丹参浸膏干燥速率指标, 得到最佳干燥工艺组合为 $A_3B_3C_1$, 即浸膏含水率 40%, 浸膏进料速率 1.5 mL/s, 输送带速率 5 cm/min。经实验验证, 在此工艺参数条件下干燥丹参浸膏, 丹参浸膏干燥产品含水率为 3.3%, 丹参浸膏干燥 2.6 kg/h, 丹参浸膏干燥产品得率为

表 4 多指标综合评分分析结果

Table 4 Analysis results of grading method for multi-index

试验号	A	B	C	产品含水率/%	产品含水率得分	干燥速率/($\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$)	干燥速率得分	总得分
1	1	3	3	7.30	0	1.80	50.34	50.34
2	1	2	2	5.60	0	1.24	49.78	49.78
3	1	1	1	4.30	50	0.62	49.16	99.16
4	2	3	2	6.90	0	2.16	50.70	50.70
5	2	2	1	4.70	50	1.53	50.07	100.07
6	2	1	3	3.80	50	0.78	49.32	99.32
7	3	3	1	3.30	50	2.60	51.14	101.14
8	3	2	3	7.50	0	1.60	50.14	50.14
9	3	1	2	4.90	50	0.84	49.38	99.38

57.8%, 为实验中其他参数条件下的最优结果, 符合上述分析结果。

3 结论

真空带式干燥技术是一种适合中药浸膏的新型干燥方法, 在整个干燥过程中, 待干燥物料处于真空、封闭环境, 干燥过程温和 (产品温度 40~60 $^{\circ}\text{C}$), 对天然提取物制品可最大限度保持其物性, 从而得到高质量的最终产品。本实验经正交设计法优选得出丹参浸膏真空带式干燥的最佳工艺条件: 浸膏含水率为 40%, 浸膏进料速率为 1.5 mL/s, 输送带速率为 5 cm/min。

References:

- [1] Wang D, Jia F X, Guan H. Study on drying technology of Tiaogan Granules [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2003, 25 (8): 617-618.
- [2] Ferrari F. Continuous vacuum drying: the alternative for careful product handling [J]. *Innovat Food Sci Emerg Technol*, 2002, 3 (4): 26-28.
- [3] Zhen P, Zhang R S, Bai X M, et al. Study on optimum extraction conditions of evodia mine and rutaecar pine in *Evodia rutaecarpa* by HPLC [J]. *Chin Pharm J* (中国药杂志), 2005, 40 (2): 99-101.
- [4] Zhang T, Xu L Y, Tao J S, et al. Applying grading methods of synthesizing multiple guidelines to optimizing extract technology for *Radix Puerariae* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35 (1): 38-40.
- [5] Dincer I, Sahin A Z. A new model for thermodynamic analysis of a drying process [J]. *Int J Heat Mass Transfer*, 2004, 54 (19): 645-652.
- [6] Ekechukwu O V. Review of solar-energy drying systems 1: an overview of drying principles and theory [J]. *Energ Convers Manage*, 1999, 40 (6): 593-613.

欢 迎 投 稿

欢 迎 订 阅