

显,说明多糖中的蛋白质的量较低。

2.6 多糖的红外光谱:将干燥的 LBP 用 KBr 压片法做红外光谱分析^[7]。枸杞多糖的红外扫描图谱见图 3。3 400 cm^{-1} 处宽峰,是 O-H 的伸缩振动,2 930 cm^{-1} , C-H 的伸缩振动,是糖类的特征峰,1 150 cm^{-1} 是 C-O 伸缩振动,900 cm^{-1} 为 β -D-吡喃葡萄糖的特征吸收,960 cm^{-1} 为鼠李糖的特征吸收,870、800 cm^{-1} 处为甘露糖的特征吸收,825 cm^{-1} 为 α -D-吡喃甘露糖,812 cm^{-1} α -D-吡喃半乳糖的特征吸收,1 725 cm^{-1} 处的 C=O 伸缩振动表明含糖醛酸,1 400 cm^{-1} 处的 C-N 伸缩振动证明有蛋白质存在。

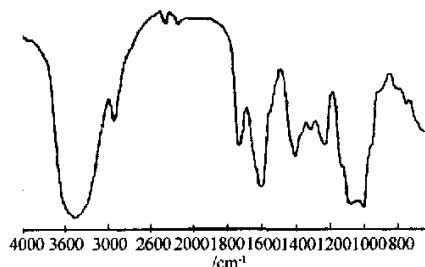


图 3 枸杞多糖的红外光谱

Fig. 3 IR Spectra of LBP

2.7 多糖的扫描电镜:取适量干燥的 LBP 样品置于离子溅射仪中镀一层导电金膜后,采用扫描电镜(SEM)进行观察,拍照。见图 4。可以看到枸杞多糖为一种片状结构。

3 讨论

采用 Sephadex G-75 对枸杞多糖粗品进行了纯化,并直接以水提取,减少了有机溶剂的使用,提取工艺简单易行,得到的多糖色泽白,长期室温密封保存不变色,且溶解性好。

本实验对枸杞多糖单糖组成的测定结果中单糖的种类与以往研究结果基本相同,但单糖间的比例



图 4 枸杞多糖的扫描电镜照片

Fig. 4 SEM Image of LBP

例却有较大差异,这可能与多糖提取工艺以及纯化方法的差异有关。

本实验对枸杞多糖的固体形貌进行了扫描电镜观察,直观地发现枸杞多糖为一种片状结构。

References:

- [1] He J, Zhang S H. Study on *Lycium barbarum* L. and *Lycium barbarum* polysaccharide. (1) [J]. Food Sci (食品科学), 1995, 16 (2): 14-21.
- [2] Wang J H, Wang J M, Li L, et al. The isolation purification and structure character of LBP2a [J]. Food Sci (食品科学), 2002, 23 (6): 44-48.
- [3] Chen X P. Structure analysis of neutral polysaccharide from *Lycium barbarum* L [J]. J Zhejiang Agric Univ (浙江农业大学学报), 1996, 22 (1): 37-40.
- [4] Zhang W J. Biochemical Study Technology of Complex Polysaccharides (复合多糖生化研究技术) [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 1999.
- [5] Han Y S. Food Chemistry Experimental Direction (食品化学实验指导) [M]. Beijing: China Agricultural University Press, 1992.
- [6] Ning Z X. Food Ingredients Analysis Handbook (食品成分分析手册) [M]. Beijing: China Light Industry Press, 1998.
- [7] Zhang Z X. Organic Spectral Analysis (有机光谱分析) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1995.
- [8] Liu R L, Yang C. Studies on molecular appearance of scleroglucan with electronic microscope [J]. Acta Sci Nat Univ Nankai (南开大学学报) 1995, 28 (1): 68-71.

白芷配方颗粒的喷雾干燥工艺研究

肖 丹,边燕红

(成都中医药大学,四川 成都 610075)

中药配方颗粒剂是将传统的中药饮片经提取、浓缩、干燥、制粒而成的一种单剂量颗粒剂型,又称中药浸膏颗粒、中药免煎颗粒等。由于喷雾干燥较之

其他干燥方法具有干燥速度快、物料受热时间短、对热敏性成分破坏少,生产工序简单、操作简便,易于控制质量,适用于工业连续化大生产;所加辅料量少、从

而减少服用剂量,达到中药精制效果等特点^[1,2],本实验考察了白芷配方颗粒的喷雾干燥工艺。

1 仪器

2—8 Spray Dryer(大川原化工机械株式会社)。

2 方法与结果

影响喷雾干燥的主要因素有辅料加入量、浸膏相对密度、进液物料温度、进液速度、进风温度、出风温度^[3~5]。为使干燥工艺更为合理、可行,本实验采用单因素试验法,分别对以上因素进行了考察。

喷雾干燥用浸膏制备:取按既定工艺提取的渗漉液多份,每份 3 000 mL(相当于原药材 500 g),分别减压浓缩至约 400 mL 的清膏,备用。

2.1 辅料加入量的考察:根据本品提取工艺的研究,确定了以 50%乙醇溶液作为提取溶剂。醇提的浸膏喷雾干燥较困难,因其黏性大,在喷雾干燥的过程中,常加入具有抗黏和分散作用的糊精或环糊精,以改善物料的性质。但环糊精成本较高,实验中结合本品情况,对本品干燥时糊精加入量进行了考察(进风温度:128~138℃,出风温度:65~75℃)。结果见表 1。当糊精用量为浸膏中干膏量的 50%以上时,干燥效果较好,可避免粘壁,得到疏松粉末。故确定喷雾干燥时加入干膏量 50%的糊精。

2.2 浸膏相对密度的考察:将相对密度分别为 1.06、1.08、1.10、1.12、1.14 (60℃)的含干膏量 50%的糊精的浸膏进行喷雾干燥(进风温度:128~138℃,出风温度:65~75℃),观察物料干燥情况,结果见表 2。浸膏相对密度选择在 1.08~1.12 (60℃)进行喷雾干燥时可得质量较好的干燥浸膏粉末。浸膏相对密度过高,浸膏黏度大,易堵塞管道,雾化困难,且雾化形成的颗粒大,物料易黏结;相对密度过低,需要蒸发的水量也相应增加,从而增加生产时间,降低生产效率。故确定浸膏相对密度为 1.10~1.12 (60℃)。

表 1 糊精加入量的考察

Table 1 Adding amounts of dextrin

糊精加入量/干膏量	喷雾干燥情况
0	严重粘壁
20%	较严重粘壁
30%	粘壁情况稍有改善,仍有胶状的硬块
40%	有少量粘壁
50%	未粘壁,得黄色疏松的粉末
60%	未粘壁,得黄色疏松的粉末

2.3 进料温度的确定:物料在进入喷雾塔干燥以前需保持一定温度,有利于降低物料的粘度,使物料中的水分在进入干燥塔内后迅速蒸发,从而缩短干燥

时间,提高干燥效率。

由本品浓缩工艺中白芷热稳定性考察结果^[6]可知,本品在 80℃、4 h 以内比较稳定,见表 3。为提高干燥效率,确定物料保温温度为 70~80℃。

表 2 浸膏相对密度的筛选

Table 2 Selecting of extract relative density

浸膏相对密度	物料干燥情况
1.06	物料粘结
1.08	干燥粉末
1.10	干燥粉末
1.12	干燥粉末
1.14	物料粘结

表 3 白芷热稳定性考察结果

Table 3 Heat stability of *Radix Angelicae Dahuricae*

处理方法	欧前胡素/(mg·g ⁻¹)
未处理	1.367 1
80℃、2 h	1.366 8
80℃、4 h	1.364 0
80℃、8 h	1.331 4

2.4 进料速度的筛选:将含干膏量 50%的糊精的浸膏(相对密度 1.10, 60℃)分别以不同速度喷入干燥塔内进行喷雾干燥(进风温度:128~138℃,出风温度:65~75℃),观察物料干燥情况,结果见表 4。进液速度控制在 45~65 mL/min 时,均可得到干燥粉末,为兼顾干燥效率,确定进料速度为 55~65 mL/min。

表 4 进料速度的筛选

Table 4 Selecting of flow rate

进料速度/(mL·min ⁻¹)	物料干燥情况
45~55	干燥粉末
55~65	干燥粉末
65~75	物料粘结

2.5 进风温度、出风温度的考察:将含干膏量 50%的糊精的浸膏(相对密度 1.10, 60℃)按 55~60 mL/min 进液速度,分别在不同进风、出风温度下进行喷雾干燥,观察物料干燥情况。结果见表 5。进风温度为 128~145℃,出风温度为 65~82℃时,均可喷得干燥粉末,考虑到本品有效成分不耐高温,同时为节约能源,确定进风温度为 128~138℃,出风温度为 65~75℃。

表 5 进风温度和出风温度的考察

Table 5 Entrance and exit temperatures

进风温度/℃	出风温度/℃	物料干燥情况
120~128	58~65	物料粘结
128~138	65~75	干燥粉末
138~145	75~82	干燥粉末

综合上述研究结果,确定喷雾干燥条件为:进液物料温度:70~80℃;浸膏相对密度:1.10~1.12

(60℃);进液速度:55~65 mL/min;进风温度:128~138℃;出风温度:65~75℃。按所得喷雾干燥条件进行喷雾干燥,收集干燥粉末,测定欧前胡素的质量分数,结果前、后分别为 1.367 1 和 1.366 0 mg/g。喷雾干燥前后欧前胡无明显变化,确定的喷雾干燥条件合理可行。

3 讨论

根据本品提取工艺的研究,确定了以 50%乙醇溶液作为提取溶媒。因中药醇提浸膏黏性大,其所含成分熔点较低,喷雾干燥时易粘壁。根据本品干燥工艺的考察结果,喷雾干燥时需加入干膏量 50%以上的糊精。

中药喷雾干燥产品,由于比表面积大,容易吸湿,其临界相对湿度可低于 50%,加入糊精亦可作赋形剂,降低其吸湿性。

浸膏相对密度、进液速度、进风温度、出风温度均对本品干燥工艺有较大影响。同时,也要求操作人员需具有丰富的经验及较强的对设备整体把握能力。

References:

- [1] He Y, Fan Q R, Li C R, et al. The mist spray and dehydration technique of traditional Chinese medicine extracts [J]. *West China J Pharm Sci* (华西药科学杂志), 2004, 19 (6): 447-448.
- [2] Liu G W. Practical Technology of Mist spray and Dehydration (喷雾干燥实用技术大全) [M]. Beijing: China Light Industry Press, 2001.
- [3] Chen X Q, Liu L L, Tian L, et al. Effect of mist spray and dehydration conditions on the quality of Changbiquing dry powder [J]. *Primary J Chin Mater Med* (基层中药杂志), 2002, 16 (2): 16.
- [4] Lin J. Study on the mist spray and dehydration procedure of Qinglin Granule [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2003, 28 (1): 88-89.
- [5] Liu D Y. The problems and resolvents of process on mist spray and dehydration system [J]. *Technol Chem Ind Equip* (化工装备技术), 2005, 26 (1): 7-8.
- [6] Jia M R, Wang M Y, Jin Q M, et al. Determination on the content of imperatorin and isomperatorin of thirteen *Angelica* species by HPLC [J]. *West China J Pharm Sci* (华西药科学杂志), 2003, 18 (5): 361-362.
- [7] Zhang L Y, Liu L. Determination on the content of imperatorin in *Angelica dahurica* [J]. *Inf Tradit Chin Med* (中医药信息), 2002, 19 (4): 24.

(上接第 838 页)

(C-6'), 122.4(C-6'), 32.4(C-7'), 35.6(C-8'), 62.2(C-9'), 56.5(q, OCH₃)。¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 等光谱数据与文献报道^[3]的(7*S*, 8*S*)-3-甲氧基-3', 7-环氧-8, 4'-氧化新木脂素-4, 9, 9'-三醇一致。

化合物 III: 黄色粉末, EI-MS *m/z*: 286 [M]⁺ (100), 285 (30), 258 [M - CO]⁺ (15), 121 (21)。¹H-NMR (500 MHz, C₅D₅N) δ: 6.75 (1H, s, H-6), 6.3 (1H, s, H-8), 8.54 (2H, d, *J* = 8.6 Hz, H-2', 6'), 7.33 (2H, d, *J* = 8.6 Hz, H-3', 5')。 ¹³C-NMR (125 MHz, C₅D₅N) δ: 147.0 (C-2), 135.7 (C-3), 176.3 (C-4), 160.9 (C-5), 98.3 (C-6), 164.6 (C-7), 93.5 (C-8), 156.5 (C-9), 103.5 (C-10), 121.8 (C-1'), 130.1 (C-2' and 6'), 115.7 (C-3' and 5'), 159.8 (C-4')。 ¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 等光谱数据与文献报道^[4]的山奈素一致。

化合物 IV: 黄色针晶, ¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 等光谱数据与文献报道^[4]的槲皮素一致。

化合物 V: 黄色粉末, [α]_D²⁵ + 0.78 (MeOH, c 0.065); ¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 等光谱数据与文献报

道^[5]的(+)-儿茶素一致。

化合物 VI: 黄色粉末, [α]_D²⁵ - 57.6 (MeOH, c 0.35); ¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 等光谱数据与文献报道^[5]的(-)-表儿茶素一致。

化合物 VII: 白色针晶, mp 239 ~ 241℃。 ¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 等光谱数据与文献报道^[5]的没食子酸一致。

References:

- [1] Delectis Florae Reipublicae Popularis Sinicae, Agendae Academiae sinicae Edita. *Flora Republican Popularis Sinicae* (中国植物志) [M]. Tomus 7. Beijing: Science Press, 1977.
- [2] Jolad S D, Hoffmann J J, Schram K H, et al. A new diterpene from *Cupressus goveniana* var. *abramasina*: 5β-hydroxy-6-oxasugiol (cupresol) [J]. *J Nat Prod*, 1984, 47 (6): 983-987.
- [3] Fang J M, Lee C K, Cheng Y S. Lignans from leaves of *Juniperus chinensis* [J]. *Phytochemistry*, 1992, 31 (10): 3659-3661.
- [4] Kim H J, Woo E R, Park H. A novel lignan and flavonoids from *Polygonum aviculare* [J]. *J Nat Prod*, 1994, 57 (5): 581-586.
- [5] Zhou Z H, Yang C R. Chemical constituents of crude green tea, the material of Pu-er tea in Yunnan [J]. *Acta Bot Yunnan* (云南植物研究), 2000, 22 (3): 343-350.