

通脉颗粒的真空带式干燥工艺研究

张 淹, 田守生, 郝向慧, 张守元, 朱海芳*

(山东东阿阿胶股份有限公司 山东省胶类中药研究与开发重点实验室, 山东 聊城 252201)

摘要:目的 研究确定通脉颗粒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,以通脉颗粒干燥后产品中的含水率和干燥速率为考察指标,对影响通脉颗粒真空带式干燥过程的各个因素进行考察。结果 通脉颗粒真空带式干燥的最佳工艺条件即履带速度为 15 cm/min,进料速度为 12 L/h,干燥温度的 3 个加热区温度分别为 80、90、80 ℃,通脉颗粒浸膏相对密度为 1.15(20 ℃)。结论 采用真空带式干燥工艺生产的通脉颗粒,产品含水量低,符合标准要求,且干燥速率快。

关键词: 通脉颗粒; 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: A 文章编号: 0253-2670(2010)08-1299-02

通脉颗粒为《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第4册收载品种,具有活血通脉的功效。通脉颗粒在制备的过程中常用的干燥技术有喷雾干燥、柜式干燥等,但由于该产品浸膏黏性大、易吸潮结团等,采用喷雾干燥法时易出现粘壁、损耗大,采用柜式干燥时间长等问题,直接影响到通脉颗粒产品的质量、产量和成本,因此研究适于通脉颗粒的高效干燥方法具有现实意义。真空带式干燥技术具有干燥温度低、操作环境封闭、能连续化生产等优势,已在食品及其他药品干燥生产中广泛应用。因此本实验采用正交试验设计和多指标综合评分法^[1,2]研究确定通脉颗粒真空带式干燥的最佳工艺条件。

1 仪器与材料

BUD205 型真空带式干燥机组(温州市金榜轻工机械有限公司,输送带长 7.0 m,筒体直径 1.0 m,计算机控制),TG 328A 型分析天平(上海精科天平),101A-1 型电热恒温鼓风干燥箱(上海申光仪器仪表有限公司)。通脉颗粒浸膏(相对密度 1.10, 20 ℃)由山东东阿阿胶股份有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 参数的选择:根据真空干燥的基本原理^[3],真空度越低越有利于干燥,故依据设备的性能选择真空度近于 -0.1 MPa。在真空度一定的条件下,干燥效果和效率主要受加热温度、履带速度(相当于干燥时间)、浸膏密度和进料速度等因素的影响^[4]。由于通脉颗粒浸膏在真空条件下加热温度过高极易发泡,根据真空带式干燥机组的加热系统(3 个独立的加热区,分别按加热 1 区、2 区、3 区标示),3 个加热

区的温度选择按照低、高、低的原则进行设计,其中最高温度不能超过 95 ℃,最低温度不能低于 80 ℃。履带速度根据预试验结果选择 10、15、20 cm/min 3 个水平;通脉浸膏相对密度根据真空带式干燥适用物料的含水范围和通脉浸膏的黏度选择 1.12、1.15、1.18(均在 20 ℃测定)3 个水平;进料速度的选择时,考虑到速度过快,料层较厚,干燥不完全,影响产品质量,因此选择了 12、15、18 L/h 3 个水平进行试验。具体设计见表 1,以通脉颗粒的含水率和干燥速率为考察指标,采用 L₉(3⁴) 正交表进行试验,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 干燥温度/℃			B 履带速度/	C 进料速度/	D 浸膏相对
	1 区	2 区	3 区	(cm·min ⁻¹)	(L·h ⁻¹)	密度(20 ℃)
1	80	95	80	10	12	1.12
2	85	95	85	15	15	1.15
3	90	95	90	20	18	1.18

2.2 水分的测定:通脉颗粒水分的检测方法参照《中国药典》2005 年版一部附录 IXH 水分测定法中第一法进行测定。取通脉颗粒干燥产品 3~5 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,称定质量,至连续两次称定质量的差异不超过 0.3 mg 为止。根据减失的质量,计算通脉颗粒产品的含水率。

* 收稿日期: 2010-01-07

作者简介: 张 淹,男,甘肃省镇原县人,主管中药师,2001 年毕业于甘肃中医学院中药系,从事中药新药研发和固体制剂的工艺研究。

Tel: (0635) 3261967 E-mail: zhangyan@donggejiao.com

$$\eta = (m_1 - m_0) / m_0$$

式中 η 为通脉颗粒干燥产品含水率, m_1 为加热恒重前通脉颗粒干燥产品的质量, m_0 为加热恒重后通脉颗粒干燥产品的质量

2.3 工艺优选结果: 干燥工艺参数对通脉颗粒产品的含水率和干燥速率的影响采用多指标综合评分法进行评价, 多指标综合评分分析结果见表 2。

评分标准: 当通脉颗粒干燥产品含水率小于 6.0% 时(通脉颗粒质量标准中水分限度规定不得超过 6.0%), 定义指标分数为 50 分, 当通脉颗粒干燥产品含水率大于 6.0% 时, 定义指标分数为 0 分。以通脉颗粒干燥速率均值为基准, 每项指标值和均值相减, 其差值和 50 分合计为通脉颗粒干燥速率指标得分。通脉颗粒干燥产品含水率指标得分和通脉颗粒干燥速率指标得分相加为最后总得分。

表 2 多指标综合评分分析结果

Table 2 Analysis of grading method for multi index

试验号	A	B	C	D	含水率/%	含水率得分	干燥速率/(kg·h ⁻¹)	干燥速率得分	综合评分
1	1	1	1	1	5.10	50	1.66	48.66	98.66
2	1	2	2	2	5.32	50	4.64	51.64	101.64
3	1	3	3	3	7.46	0	4.22	51.22	51.22
4	2	1	2	3	6.45	0	3.74	50.74	50.74
5	2	2	3	1	5.42	50	3.27	50.27	100.27
6	2	3	1	2	6.53	0	4.58	51.58	51.58
7	3	1	3	2	6.55	50	0.69	47.69	97.69
8	3	2	1	3	5.41	50	3.33	50.33	100.33
9	3	3	2	1	6.84	0	0.87	47.87	47.87
K ₁	251.52	247.09	250.57	246.80					
K ₂	202.59	302.24	200.25	250.91					
K ₃	245.89	150.67	249.18	202.29					
R	48.93	151.57	50.32	48.62					

根据极差结果, 综合考虑通脉颗粒干燥产品含水率和干燥速率指标, 得到的最佳工艺条件为 B₂C₁A₁D₂, 即履带速度为 15 cm/min, 进料速度为 12 L/h、干燥温度的 3 个加热区分别为 80、90、80℃、浸膏相对密度为 1.15(20℃)。

2.4 工艺验证试验: 为确保通脉颗粒真空带式干燥工艺的产业化生产, 按照正交试验优选的 B₂C₁A₁D₂

条件对真空低温连续干燥工艺验证 3 批, 结果见表 3。

表 3 最佳工艺验证试验结果

Table 3 Result of optimum verification

试验号	水分/%	干燥速率/(kg·h ⁻¹)
1	5.1	4.5
2	5.2	4.7
3	5.4	4.6

在上述工艺条件下所得的通脉颗粒的平均含水率为 5.23%, 平均干燥速率为 4.6 kg/h, 与干燥条件优选试验中结果一致, 确定通脉颗粒干燥工艺条件为履带速度为 15 cm/min, 进料速度为 12 L/h, 干燥温度 3 个区的温度分别为 80、90、80℃, 浸膏相对密度为 1.15(20℃)。

3 讨论

实验中加热温度和浸膏密度对产品的干燥速率和质量影响最小, 其中加热温度根据设备的加热参数范围限制, 笔者并没有进一步降低加热温度进行研究, 因真空带式干燥技术的干燥条件比较温和, 本实验过程中未采用活性成分的定量指标。

由于真空带式干燥机是利用螺杆泵结合真空系统进行进料的, 因此要求物料必须保持一定的流动性, 在此次试验中, 当浸膏的相对密度达到 1.18(20℃)时, 物料比较黏稠, 并在真空干燥过程中易形成较大的蜂窝状物料层, 导致物料与加热板的接触程度不紧密, 影响产品的干燥速率和均匀性。

真空带式干燥技术是一种适合黏性较大的中药浸膏进行干燥的新型干燥方法, 在整个干燥过程中, 待干燥物料处于真空、密闭的环境中, 干燥过程比较短, 对中药提取物可最大限度地保持其物性。

参考文献:

- [1] 周 昕, 谢瑞芳, 顾希钧, 等. 多指标综合评分法优选复方自身清颗粒制备工艺[J]. 中成药, 2008, 30(10): 1451-1454
- [2] 刘先琼, 许腊英. 多指标综合加权评分研究乌梅炭炮制工艺[J]. 中草药, 2009, 40(12): 1898-1900
- [3] 张兆旺. 中药药剂学[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2003
- [4] 曾 艳, 刘雪松, 陈 勇, 等. 丹参浸膏真空带式干燥工艺的研究[J]. 中草药, 2006, 37(2): 196-198