

中药浸膏真空干燥过程中表面结壳行为的成因、影响因素与研究策略

唐欣¹, 李远辉^{1,2*}, 谢好¹, 万娜¹, 伍振峰^{1,2}, 王学成^{1,2}, 杨明^{1,2*}

1. 江西中医药大学 现代中药制剂教育部重点实验室, 江西 南昌 330004

2. 创新药物与高效节能降耗制药设备国家重点实验室, 江西 南昌 330004

摘要: 真空干燥是中药浸膏的主要干燥方式之一, 但效率低下、干膏质量不佳, 已成为中药制药行业的痛点、难点问题。表面结壳是引起该问题的重要原因, 但相关研究尚属空白, 实践中面对该问题束手无策。首先阐述了表面结壳的成因、探讨了表面结壳行为影响因素; 然后分析了利用质构仪技术建立其表征方法体系的可行性; 再基于中药浸膏干燥特性以及多种干燥技术, 分析中药浸膏真空干燥过程中表面结壳行为是表面无结壳、表面壳层固化与表面壳层增厚 3 阶段演变过程; 最后根据多种其他干燥技术原理与特点, 针对各阶段进行精准调控, 推迟表面结壳、延缓壳层固化、优化壳层结构, 将有助于提高中药浸膏真空干燥效率, 保证干膏质量。

关键词: 中药浸膏; 真空干燥; 表面结壳; 演变规律; 调控机制

中图分类号: R283 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2022)02-0619-08

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2022.02.032

Discussion of causes, influencing factors and research strategies of surface crusting behavior of traditional Chinese medicine extracts during vacuum drying

TANG Xin¹, LI Yuan-hui^{1,2}, XIE Hao¹, WAN Na¹, WU Zhen-feng^{1,2}, WANG Xue-cheng^{1,2}, YANG Ming^{1,2}

1. Key Laboratory of Modern Preparation of TCM, Ministry of Education, Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China

2. State Key Laboratory of Innovation Drug and Efficient Energy-Saving Pharmaceutical Equipment, Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China

Abstract: Vacuum drying is one of the main drying methods of traditional Chinese medicine extracts, but the low efficiency and poor quality of dry extract have become the pain point and difficult problem of traditional Chinese medicine pharmaceutical industry. The surface crust is an important cause of this problem, but there is no relevant research report and no effective way to solve it in practice. In this paper, the causes of surface crusting and the influencing factors of surface crusting behavior are discussed. Then the feasibility of establishing the characterization method system by using the texture analyzer technology was analyzed. Based on the drying characteristics of traditional Chinese medicine extracts and various drying technologies, the surface crusting behavior of traditional Chinese medicine extract during vacuum drying process was analyzed as a three-stage sequential evolution process of no crusting on the surface, surface shell solidification and surface shell thickening. Finally, according to the principles and characteristics of various other drying technologies, accurate control of each stage, delaying surface crusting, delaying shell solidification and optimizing shell structure will help to improve vacuum drying efficiency of traditional Chinese medicine extracts and ensure the quality of dry paste.

Key words: traditional Chinese medicine extract; vacuum drying; surface crust; evolution rule; regulation mechanism

中药干浸膏作为制备现代中药颗粒剂、片剂、的质量。干燥是获得中药干浸膏在制剂生产中不可或胶囊剂等固体制剂的重要中间体, 直接影响着药品或缺的工序, 由于传统的中药浸膏干燥方法以热处

收稿日期: 2021-08-09

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(81903929); 国家自然科学基金资助项目(81960718); 国家大学生创新创业训练计划项目(202110412010); 江西省自然科学基金青年项目(20212BAB216010); 江西中医药大学 1050 青年人才工程资助项目; 江西中医药大学博士科研启动基金项目(2021BSZR003); 江西中医药大学大学生创新创业计划项目(202110412203)

作者简介: 唐欣(1998—), 女, 硕士研究生, 研究方向为中药药剂学。Tel: 15779558518 E-mail: 1275364172@qq.com

*通信作者: 李远辉, 副教授, 博士, 研究方向为中药制药新技术与新工艺。E-mail: 20181016@jxutcm.edu.cn

杨明, 教授, 博士生导师, 博士, 研究方向为中药制剂学。E-mail: yangming16@126.com

理方式为主, 具有干燥时间长、干燥温度高、干燥产品品相差、能耗高和生产效率低等缺点^[1], 因此不断提高浸膏的干燥技术工艺是中药制药现代化发展的重要保障。真空干燥是中药浸膏的主要干燥方式之一, 具有简单易行、干燥温度低、干燥箱内含氧量低、适用性范围广等优势^[2]。然而真空干燥劳动强度高、热效率低(热能利用率低于 40%), 干燥过程中物料易出现表面结壳假干燥现象^[2], 甚则干燥数天仍无法满足后续粉碎对干膏含水率的要求, 导致无法粉碎, 生产工序中断。大量生产、研究实践表明, 表面结壳是中药浸膏真空干燥过程中的普遍现象, 由于壳层严重阻碍内部水分向浸膏表面迁移, 使得浸膏干燥困难, 形成外干内湿的表面假干燥。因此, 表面结壳是引起其中药浸膏真空干燥效率低下的重要原因和关键共性问题^[3]。

但是, 国内外关于中药浸膏真空干燥过程表面结壳的研究几乎为空白, 实践中面对该问题仍束手无策。本文通过阐述表面结壳的成因、立足于表面壳层的特性提出其定量表征手段、分析表面结壳行为的影响因素; 并尝试通过剖析中药浸膏真空干燥过程中的含水率变化规律与失水速率变化规律的内在联系, 探讨中药浸膏真空干燥过程中表面结壳演变规律; 最后探讨延缓或抑制表面结壳行为的调控对策, 以期为提高中药浸膏真空干燥效率、保证干膏品质提供新的思路及方法, 以保证中药制剂疗效, 促进中药制剂现代化发展。

1 中药浸膏表面结壳的成因

1.1 直接原因

干燥初期, 中药浸膏初始含湿率较高, 且呈连续流体, 这有利于热量的传导, 湿分能快速迁移至浸膏表面, 补充因汽化蒸发失去的湿分, 维持表面湿润。当干燥进行一段时间后, 浸膏湿分减少至某一临界值时(根据渗流理论^[4], 该临界值约为饱和自由水含量的 50%), 伴随着黏稠度增加, 内部水分向表面移动的阻力增加, 导致浸膏内部水分不能及时迁移至表面(内部湿分迁移速率小于表面水分汽化速率), 表面率先皱缩、硬化而结壳, 形成外干内湿的表面假干燥。

1.2 蒸发前沿理论对表面结壳成因的认识

对于物料干燥的蒸发理论, Luikov^[5]提出了双区模型。该模型假定存在一个移动的蒸发界面, 它将物料分为湿区和干区, 蒸发界面是物料湿区与干区的交界面, 这 2 个区具有不同的湿分迁移形式和

湿分传递系数。以蒸发前沿面为分界面, 从浸膏底部到蒸发前沿面的区域定义为湿区, 在湿区内, 水分以液态形式迁移, 在蒸发前沿面蒸发变成水蒸气; 从蒸发前沿面到浸膏表面的区域定义为干区, 在干区内, 水分以气态形式扩散。随着干燥过程的进行, 蒸发前沿面由浸膏表层向底部移动。随着干燥的进行, 浸膏内部湿分减少, 湿分不连续存在。干燥时的湿分迁移速度小于同一方向的蒸发速度, 因此, 在干燥时可以认为浸膏内部存在移动着的蒸发前沿面, 即蒸发界面逐渐内移。

1.3 玻璃态转变理论对表面结壳成因的认识

玻璃态转变是指非晶态聚合物由玻璃态转变为橡胶态, 或反向转变现象^[6], 对应的 2 种状态转变温度称为玻璃化转变温度(T_g), T_g 是高分子玻璃化转变理论中的关键参数, 取决于化学组成、含水量、温度等因素^[7-9]。

中药浸膏表面在减压干燥过程中快速脱水, 体系黏度急剧升高, 根据 Gordon-Taylor 方程 $T_g = [(1-w)T_{gs} + kwT_{gw}] / [(1-w) + kw]$, T_g 、 T_{gs} 、 T_{gw} 分别是混合体系、无定形聚合物和水的玻璃化转变温度, w 为含水量, k 是 Gordon-Taylor 方程的参数, 水的 T_g 为 $-135\text{ }^\circ\text{C}$, 是一种强力增塑剂, 可极大地降低 T_g 。因此随着浸膏表面的干燥脱水, 其 T_g 快速升高, 浸膏表面迅速由橡胶态转变为玻璃态, 阻碍了浸膏内部水分扩散到表面, 最终导致浸膏表面收缩成玻璃态而结壳^[10]。而浸膏表面转变为玻璃态后体积收缩, 在表面产生拉应力, 内部产生压应力, 因为玻璃态的弹性模量比橡胶态要大得多(小变形即能产生很大的应力), 当拉应力超过浸膏的极限强度时表面将产生裂纹; 此时物料内部水分开始蒸发, 慢慢由橡胶态向玻璃态转变, 即浸膏水分的蒸发界面向物料内部转移, 玻璃态转变逐层向里发展, 因此表面壳层厚度增加, 直至干燥完全^[11]。

2 中药浸膏表面结壳行为影响因素

2.1 浸膏理化性质

不同类型中药浸膏由于化学成分和物理性质的差异, 在真空干燥过程中的表面结壳行为各不相同。由于干燥中后期浸膏含水率较低, 导致浸膏黏度增加而不利于干燥, 若浸膏本身含有一些能引起体系黏度增加的成分, 则易出现壳层迅速固化, 不利于干燥的情况。目前多数认为的多糖成分可引起中药浸膏黏性大、难干燥, 但已有的认识尚不充分。相反地, 一些相对分子质量较高的多糖虽具有增稠性,

但同时具有一定的起泡性,反而利于浸膏在真空干燥过程中形成疏松多孔的内部结构而降低水分扩散阻力,从而减轻表面结壳^[12]。除了多糖相对分子质量,多糖成分的结构也可能影响表面结壳行为。如多糖分为直链多糖和支链多糖,直链多糖占比越低,形成的水溶液黏度越小,越利于干燥^[13]。实际上,浸膏中的其他成分如皂苷,可使浸膏形成胶体溶液引起黏度增加;同时,使得浸膏中的部分水分被溶质所束缚形成结构水分,其蒸汽压很低,较难汽化扩散,导致干燥困难^[14]。此外,干燥中后期干燥速率降低,浸膏吸收的热量一部分用于汽化蒸发,其余部分热量导致浸膏升温,可引起物理性质上的改变。如有文献指出多糖含量高、黏度大的中药浸膏干燥困难^[1],但本课题组前期研究黄精与甘草水提浸膏的真空干燥特性,发现多糖含量更高、黏性更大的黄精水提浸膏结壳程度较轻,更容易干燥,而甘草水提浸膏表面结壳较严重,板结于盛料托盘难以刮下,难以干燥。这可能与甘草中含有更多的糖类和皂苷成分增加了体系黏度有关;不同的中药浸膏化学成分有较大差异,势必影响其玻璃态转变温度(小相对分子质量化学成分越多,玻璃态转变温度越低),若浸膏的玻璃态转变温度较低,在物料不断升温的干燥过程中,物料表面更易发生玻璃态转变产生壳层,导致黏度增加,水分难以扩散至表面而加速结壳进程。

2.2 干燥工艺参数

影响浸膏真空干燥结壳的重要的干燥工艺参数包括干燥温度、料层厚度和真空度等。

2.2.1 干燥温度 干燥温度为浸膏中水分子蒸发提供能量,对提高干燥速率起着重要作用。真空干燥过程中,浸膏中水分主要以自由水、半结合水和结合水的状态存在,干燥初期浸膏中都是自由水,水分子迁移所受阻力较小,蒸发所需的能量也就较少,因此干燥速率较快;干燥后期浸膏中主要存在半结合水和结合水,水分子迁移所受阻力较大,因此相同温度下后期干燥速率显著下降^[15]。在较高的干燥温度下,浸膏内部水分子的能量高,传质的驱动力较大,提高了内部水分子往浸膏表面迁移的速率,浸膏表面的水蒸气分压与空气中的水蒸气分压的压差增大,从而提高了其干燥速率^[15],而根据玻璃态转变理论,干燥速率最终影响浸膏的结壳。因此干燥温度过高的情况下,会使浸膏表面干燥速率过快,内部水分却不能及时迁移到浸膏表面,容易

引起表面结壳现象。根据实验研究与生产经验,药食果蔬等浸膏若在干燥初期采用较高的干燥温度,干燥过快反而使表面较早出现结壳,引起干燥效率降低^[16]。这提示表面结壳的出现与干燥温度密切相关,可以通过合理设计不同干燥时期的温度来控制浸膏干燥速率,防止出现结壳现象,保证浸膏品质。

2.2.2 料层厚度 从传热机制来说中药浸膏料层厚度越小越好,但太小会影响产量,随着料层厚度增加,内部水分扩散路径增加及阻力增加,更易无法及时扩散至浸膏表面加以润湿,从而易发生表面结壳。在本课题组的前期中药浸膏干燥实验中,料层厚度增加1倍,干燥时间并不是增加1倍,而是增加1倍以上,这与加重表面结壳程度有直接关系。因此,适当减小料层厚度可减轻结壳,有效缩短干燥时间,提高干燥效率、保证干膏品质。

2.2.3 真空度 根据干燥箱内不同的真空度,中药浸膏在真空干燥过程中可以形成不同程度膨化结构,这种膨胀结构为良好的传热和传质提供了较大的面积与体积比,并且真空度越高,水分沸点越低,使具有一定形态的含湿物料脱水干燥。浸膏表面水分的蒸气压差越大越可以提高干燥速率^[17-18]。一般来说,真空度高,水分在短时间内从初始值大幅度下降,使得前期干燥速率过快,导致浸膏容易产生结壳现象;真空度低,虽然可提高热传递效率,延缓表面结壳固化,但不利于干燥后期传质过程,并易影响浸膏品质^[19]。

3 基于壳层力学特征信息建立其定量表征方法体系

对表面结壳行为进行定量表征,是研究中药浸膏真空干燥亟待解决的关键科学问题之一。

中药浸膏的表面结壳行为是浸膏表面由液态向固态、固态壳层逐渐增厚的序贯演变过程。在这一演变过程中,浸膏表面的机械强度逐渐增加,可用力学特征信息来进行表征,如硬度、黏度等。质构仪是利用智能力学感应技术,通过检测样品的力学性能来反映其质构特性的一种分析仪器,具有操作简单、分析快速、样品无损、灵敏精确等优点。其工作原理是通过特定的测试试验得到样品的力学特征,然后将获取的信息与质构参数建立联系,从而得到样品的质构特征数据。该技术已成功应用于肉制品面食、谷物、糖果、果蔬、凝胶等食品的新鲜度、口感等分析^[20]。

本课题组前期研究发现,在真空干燥过程中对枸杞水提浓缩稠浸膏进行定期取样,迅速利用质构

仪对浸膏表面进行穿刺试验。根据样品性质，选择P/2测试探头进行测试，将100.00 g样品置于干燥盒中，表面整理平整，设定测试模式：压缩模式；实验动作：返回起点；目标深度：10 mm，触发力：2 g；数据采集速率：250次/s；测前速率设置为1.1 mm/s，测试速率和返回速率均设置为1.0 mm/s。测试结果如图1所示。

所得表面结壳层的硬度值、黏度值、破裂强度值、破裂距离值呈逐渐增大趋势，可准确、定量表征浸膏表面结壳行为。其中，硬度、黏度、破裂强

度的数值增加可反映浸膏表面壳层的出现以及固化的变化过程；破裂距离值增加可反映壳层的增厚过程。此外，根据以上力学特征数值的变化拐点，解析壳层出现与壳层增厚的临界含水量，用以评价浸膏的表面结壳难易程度（临界含水量越低则越不易发生表面结壳）。这一技术可为表征中药浸膏真空干燥过程中的表面结壳行为建立基于质构仪分析技术的力学信息的快速评价方法，用于准确判定表面结壳过程所处阶段，把握中药浸膏真空干燥过程中表面结壳演变规律，服务于表面结壳过程调控研究。

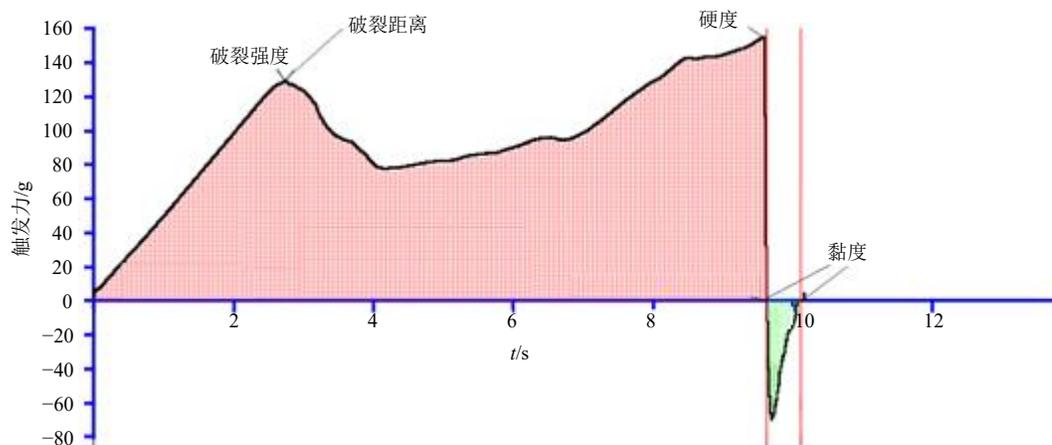


图1 质构仪的测试结果图

Fig. 1 Test result diagram of texture analyzer

4 表面结壳演变规律分析

中药浸膏在真空干燥过程中的表面结壳行为是持续相变过程，整个过程中表面结壳演变是否有规律可循？干燥实质上是含水率不断降低的过程，中药浸膏干燥过程中的表面结壳演变伴随着其含水率的变化，是否可根据含水率的变化过程规律来推测表面结壳的演变过程规律？根据中药浸膏的真空干燥一般特性，按照失水速率变化规律，整个干燥过程按先后顺序分为恒速干燥期、第1降速干燥期和第2降速干燥期^[2]，表面结壳演变过程与以上3个干燥期有无联系？

本文依据已有的干燥理论，通过剖析中药浸膏真空干燥过程中的含水率与失水速率变化规律与表面结壳演变过程的内在联系，将表面结壳演变过程分为3个阶段：表面无结壳阶段、表面壳层固化阶段与表面壳层增厚阶段（图2）。

4.1 表面无结壳阶段

表面无结壳阶段发生于恒速干燥期。恒速干燥

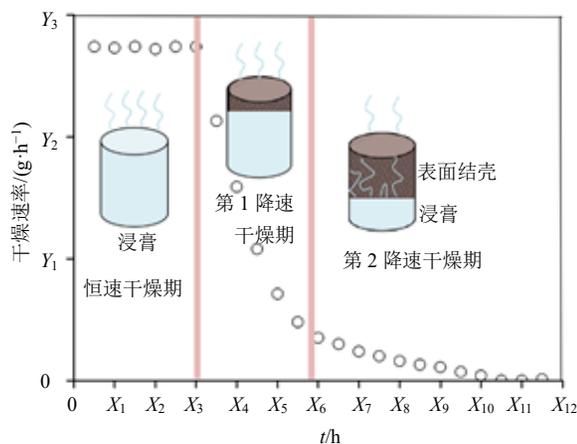


图2 中药浸膏真空干燥过程表面结壳示意图

Fig. 2 Schematic diagram of surface crusting of traditional Chinese medicine extracts during vacuum drying

期发生于干燥初期，表现为干燥速率基本不变。由“1.1”项下内容可知，处于恒速干燥期的浸膏内部水分能及时扩散至浸膏表面，可保持其湿润状态而不发生结壳，故表面无结壳阶段发生于恒速干燥期。

表面无结壳阶段主要受外部工艺条件的影响。根据干燥理论,恒速干燥期内浸膏的干燥速率约等于纯水的汽化速率,为表面汽化控制段,影响干燥速率的主要因素是温度、压力、干燥箱内湿度、料层厚度等外部工艺条件(温度越高、压力越低、干燥箱内湿度越低、料层厚度越小越有利于提高恒速干燥期内的干燥速率),和浸膏的内在理化性质无关^[13]。因为在干燥过程中,浸膏表面率先蒸发失水,在水分压力梯度的作用下,内部水分随即扩散至表面,若干燥速率过快,即浸膏表面水分蒸发速率过快,内部水分则难以及时扩散至表面,致使表面因较早失水而皱缩结壳。也就是说表面结壳的出现与干燥工艺条件密切相关。但是,已有经验尚浅且十分模糊,工艺条件对表面结壳出现的临界点的影响规律仍不清楚,导致表面结壳过早出现的临界工艺空间尚不明确,无法为实践中具体工艺参数的选择提供有效指导。

4.2 表面壳层固化阶段

表面壳层固化阶段发生于第1降速干燥期。第1降速干燥期紧随恒速干燥期之后出现,表现为干燥速率迅速降低。由“1.1”项所述,第1降速干燥期内部水分扩散速度小于表面水分汽化蒸发速度,因此表面率先干燥而结壳,干燥速率开始下降。由此可推,浸膏表面结壳的出现与固化发生于第1降速干燥期。

表面壳层固化阶段受工艺条件和浸膏理化性质的影响。进入表面壳层固化阶段后,外部工艺条件可继续影响表面壳层固化速度,从而影响干燥效率。如采用较高的干燥温度可导致表面失水过快,壳层固化加快,不利于后续干燥。除了外部工艺条件,浸膏所含化学成分可影响其在该阶段的表面结壳行为。因此,有必要从真空干燥干燥工艺条件,以及中药浸膏中所含的化学成分(成分类别、组成比例、成分结构)与物理性质来充分挖掘表面壳层固化阶段的影响机制。

4.3 表面壳层增厚阶段

表面壳层增厚阶段发生于第2降速干燥期。第2降速干燥期出现的原因因为该阶段浸膏中的自由水含量占比较低(结合水占比增加),水蒸气分压较小,水分汽化蒸发所需要的能量较高,干燥较为困难(被干燥浸膏中的水分产生的水蒸气分压大于干燥介质中的水蒸气分压是干燥得以进行的必要条件,两分压差越大,则干燥越快);加之壳层固化后内部水分

难以扩散至表面进行蒸发,汽化面开始由浸膏表面向内部移动,导致壳层逐渐增厚。可见,表面壳层增厚阶段发生于第2降速干燥期。

表面壳层增厚阶段主要受壳层结构的影响。根据蒸发前沿理论^[21],当中药浸膏表面固化后,随着干燥的继续进行,干区与蒸发界面逐渐内移,即壳层逐渐由外向内增厚,直至干燥完全。壳层的结构成为影响该阶段浸膏内部水分向表面扩散的主要因素:壳层孔隙度越大、孔隙间连通程度越高,越有利于浸膏内部水分以液态或气态形式突破壳层阻碍、扩散至表面而脱除。而由于该阶段自由水占比较低,在通常使用的干燥温度下较难干燥,受工艺条件的影响很小。

虽然中药浸膏在真空干燥过程中的干燥特性为表面结壳演变3个阶段的划分提供了依据,但表面结壳演变的3个阶段可能不完全与3个干燥期相对应。需要在整个干燥过程中,对浸膏表面的特征力学信息定期进行测定,通过解析特征值拐点,准确划分上述3个表面结壳演变阶段,探明演变规律。

5 针对表面结壳演变规律的精准施策

根据表面结壳演变过程各阶段的影响机制,可针对性地设计各阶段工艺条件或联合其他技术,调控中药浸膏真空干燥过程中表面结壳的形成与发展,并结合干燥效率与干膏质量评价,确立调控机制。

5.1 表面无结壳阶段的调控机制

对于表面无结壳阶段,在保证干燥效率的前提下,在该阶段末期(临近表面壳层出现的转折点之前)通过采用降温干燥^[22]、间歇干燥^[23],适当降低浸膏实际受热温度,降低表面汽化速率,使内部水分扩散速率与表面水分蒸发速率相当,维持表面湿润,延缓表面结壳。根据临界含水量评价降温干燥与间歇干燥对推迟表面结壳形成的影响,探明影响规律;并结合所需干燥时间与干膏中的热不稳定成分损失率,优选干燥工艺。

降温干燥是指采用分段降温或梯度降温的方法进行干燥,可使浸膏内部水分在梯度差的作用下进行热湿交换重新分布而趋于均匀,这样一方面降低了由于干燥过程中水分迁移所引起的内部应力冲击,另一方面避免了由于浸膏表面水分低而造成的表面热量过度累积现象的发生。李远志等^[24]研究了热风与热泵联合技术对干燥胡萝卜片干燥品质的影响。研究发现干燥后期选用低温热泵干燥可以延缓表面硬化现象,胡萝卜素损失小,复水性好。

间歇干燥是指采用交替干燥和休息或放松的方式使得浸膏每隔一段时间进行干燥,这有利于回火期间浸膏中心的水分转移到浸膏表面,在干燥期间浸膏表面的水分就更容易蒸发^[23]。这项技术不仅不增加干燥成本,还能提高能源效率和产品质量,避免干燥过程中的变形和结壳^[25]。盘喻颜等^[26]分析月柿果片干燥过程中的内部水分变化时发现在微波加热过程中通过暂停加热方式,能够均衡内部与表面的能量,减小内部温度梯度,改善水分分布情况,从而避免样品局部出过热导致烧伤的现象,保证产品品质,节能降本。

5.2 表面壳层固化阶段的调控机制

对于表面壳层固化阶段,通过采用变压干燥^[27]、间歇干燥,适当降低表面壳层汽化速率,延缓表面壳层固化。

变压干燥是指在压力稍高时维持一段时间,然后迅速降低压力,打破浸膏表面水蒸气分压与环境水蒸气分压平衡,迫使浸膏内部水分迅速汽化,打破并润湿壳层。在表面壳层固化阶段,通过此方法降低真空度可降低干燥速率,让水分的扩散速率等于表面气化速率,延缓壳层固化。

间歇干燥通过降低浸膏表面水分蒸发速率,减小浸膏内部水分扩散速率与表面水分蒸发速率之间的差距,从而推迟表面壳层固化。该方法在停止加热时不仅能保留真空度以防止空气进入对浸膏氧化,还可以降低干燥速率,预防因持续高温引起的表面壳层固化现象^[28]。温家豪等^[29]研究发现不同间歇式微波真空干燥可以改善马铃薯片受热不均和局部较糊的现象,在微波功率 300 W、切片厚度 3 mm 和真空度 0.08 MPa 的条件下,采用微波加热 60 s、间歇 60 s 的间歇方式能得到高品质干燥产品。

5.3 表面壳层增厚阶段的调控机制

对于表面壳层增厚阶段,可采用旋转闪蒸干燥、脉冲式变压干燥来提高壳层孔隙率与空隙间连通程度,降低浸膏内部水分的扩散阻力。

旋转闪蒸干燥是集干燥、粉碎、筛分于一体的新型连续式干燥技术^[30],湿物料在干燥塔内干燥时间仅为 5~8 s,水分瞬间蒸发,且该技术能够对于干燥不充分物料进行连续干燥。闪蒸干燥机搅拌器上的多组刀片高速旋转,对结壳物料不断粉碎,使外干内湿的颗粒不断包裹、剥离、搓碎,表面不断更新,增大了换热面积,从而强化了质、热交换,提高了干燥速率。吕军良等^[31]对红霉素亚胺醚干燥

实验中发现旋转闪蒸干燥比热风循环干燥运行更加可靠,干燥后物料不结壳,对热敏性物料的干燥具有更明显的优势。

脉冲式真空干燥是指在恒定温度下,在真空与常压循环操作下对物料进行干燥,这项技术不仅可以提高空隙间联系通道,还可以打破表面与环境蒸汽压平衡,显著提高水分子蒸发速率^[32-33],有效抑制结壳行为的发生。真空持续时间和常压持续时间及其比值即脉冲比,是影响脉冲真空干燥速率及质量的关键因素。脉冲比较物料温度对干燥速率的影响更大,常压持续时间的延长对水汽迁移的促进作用不大。大气压力持续时间越短,降压周期越长,干燥速率越快,并且真空保持时间的增加有利于疏松结构的形成^[34]。Zhang 等^[35]结果表明脉冲真空干燥技术可以有效地提高茯苓干燥效率和质量,干燥温度为 65 °C、真空压力持续时间为 155 min、常压持续时间为 44 min 是茯苓干燥的最有利条件。劳凤华等^[36]研究发现真空微波脉冲干燥制备的冻融大果山楂片硬度和表观密度均较小,产品膨化程度高,亮度和色差值与鲜样最接近,总酸与黄酮保存率均较高。

5.4 可应用于多阶段的调控机制

此外,超声辅助真空干燥技术利用其机械作用与空化效应来延缓表面壳层的出现以及壳层的固化。为防止超声处理过程中生成大量自由基破坏浸膏中的有效成分,可采用脉冲式、低强度(功率密度 $\leq 1 \text{ W/cm}^2$)超声处理^[37]。和大奎等^[18]对地黄浸膏在 55 °C 热风干燥和超声真空干燥后对比发现超声联合真空干燥使地黄浸膏在干燥过程中的形态和水分扩散方式都发生了很大的变化,超声真空干燥后孔隙和裂纹比较多,提高了浸膏的孔隙率,质地疏松,没有产生表面结壳现象。并且通过表观形态和电子扫描电镜图像分析可以得出,超声真空干燥能促进水分子的湍流扩散,形成微细孔道和海绵效应,活化固体表面,避免表面结壳,有效降低水分迁移阻力,提高水分扩散速率^[38-39]。

微波辅助真空干燥是借助微波使得物料整体在同一时间获得热能而升温,能在短时间内达到均匀加热,并且由于真空压力迁移的动力,物料是由内向外干燥的,克服了因物料表面首先干燥而形成结壳^[40]。柏文科等^[41]研究了微波真空干燥在仙灵骨葆方提取物的适应性,研究发现微波真空干燥内外同时加热的特点有利于内部水分向外蒸发,此时传热

与传质方向一致不易发生结壳现象,且干燥过程中提取物内部会产生大量气泡,加速了内部水分的蒸发,因此干燥效率高。

6 结语与展望

中药浸膏真空干燥过程中普遍出现结壳现象,从而影响物料的干燥速率及干膏品质。本文根据以上分析提出假说:“中药浸膏真空干燥过程中表面结壳行为是表面无结壳、表面壳层固化与表面壳层增厚3个阶段序贯演变过程,对各阶段进行精准调控,推迟表面结壳、延缓壳层固化、优化壳层结构,有助于提高干燥效率、保证干膏品质”。

无论是中药浸膏还是其他液态物料,在真空干燥过程中都易发生表面结壳,但目前对表面结壳现象仅停留于外观定性描述,尚未开发定量表征方法,成为攻克这一共性问题的第一道难关。目前中药浸膏干燥的研究进展以新技术提高干燥、品质为主,尚未深入研究其表面结壳相关内容。本文首次提出中药浸膏在真空干燥过程中的表面结壳行为的成因、影响因素、表征方法、演变规律以及相关调控措施等,填补了此前相关研究的空白。有效地分析中药浸膏真空干燥过程中表面结壳行为对于中药浸膏以其他创新方式提高干燥效率及品质具有很好的指导意义。后续课题组将对不同中药浸膏真空干燥过程中表面结壳行为的定量表征、演变规律、影响因素与调控机制进行研究,以形成理论基础以及具有应用价值的表面结壳调控关键技术。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 詹娟娟,伍振峰,尚悦,等. 中药浸膏干燥工艺现状及存在的问题分析 [J]. 中草药, 2017, 48(12): 2365-2370.
- [2] 李远辉,伍振峰,杨明,等. 制备工艺对中药浸膏物理性质影响的研究现状 [J]. 中国医药工业杂志, 2016, 47(9): 1143-1150.
- [3] 李远辉. “保质、提效”的中药浸膏干燥过程的调控策略研究 [D]. 成都: 成都中医药大学, 2018.
- [4] Larson R G, Scriven L E, Davis H T. Percolation theory of two phase flow in porous media [J]. *Chem Eng Sci*, 1981, 36(1): 57-73.
- [5] Luikov A V. Systems of differential equations of heat and mass transfer in capillary-porous bodies (review) [J]. *Int J Heat Mass Transf*, 1975, 18(1): 1-14.
- [6] Meste M L, Champion D, Roudaut G, et al. Glass transition and food technology: A critical appraisal [J]. *J Food Sci*, 2002, 67(7): 2444-2458.
- [7] Carter B P, Schmidt S J. Developments in glass transition determination in foods using moisture sorption isotherms [J]. *Food Chem*, 2012, 132(4): 1693-1698.
- [8] Santhalakshmy S, Don Bosco S J, Francis S, et al. Effect of inlet temperature on physicochemical properties of spray-dried jamun fruit juice powder [J]. *Powder Technol*, 2015, 274: 37-43.
- [9] Islam M Z, Kitamura Y, Yamano Y, et al. Effect of vacuum spray drying on the physicochemical properties, water sorption and glass transition phenomenon of orange juice powder [J]. *J Food Eng*, 2016, 169: 131-140.
- [10] 岳鹏飞,许俊男,谢元彪,等. 论中药丸剂“类玻璃化转变”的干燥机制与品质调控对策 [J]. 中草药, 2016, 47(11): 1825-1829.
- [11] 罗晓健,刘慧,梁红波,等. 中药浸膏粉的玻璃化转变及其应用 [J]. 中国中药杂志, 2017, 42(1): 192-197.
- [12] Markova D V, Vasileva I N, Yancheva N S, et al. Comparison of physicochemical parameters of pectic polysaccharides from different plant materials [J]. *Bulg Chem Commun*, 2017, 49: 26-31.
- [13] 王黎明. 植物活性多糖构效关系研究进展 [J]. 安徽农学通报, 2008, 14(23): 45-46.
- [14] 陈小威,宁雪莹,马传国. 天然皂苷自组装及其对食品胶体功能特性影响的研究进展 [J]. 现代食品科技, 2019, 35(10): 292-302.
- [15] 孙庆运,张宗超,贾振超,等. 预处理方式及干燥温度对养心菜热风干燥特性与品质的影响 [J]. 食品工业科技, 2021, 42(13): 210-215.
- [16] 祝树森. 基于低场NMR的胡萝卜干燥过程水分状态及其分布的研究 [D]. 南昌: 南昌航空大学, 2012.
- [17] Jaya S, Das H. A vacuum drying model for mango pulp [J]. *Dry Technol*, 2003, 21(7): 1215-1234.
- [18] 和大奎,朱文学,于斌,等. 地黄浸膏超声真空干燥特性和动力学研究 [J]. 江苏农业科学, 2017, 45(13): 157-164.
- [19] 徐成海. 真空干燥技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2011: 144.
- [20] 罗斌,赵有斌,尹学清,等. 质构仪在果蔬品质评定中应用的研究进展 [J]. 食品研究与开发, 2019, 40(5): 209-213.
- [21] Vorhauer N, Tsotsas E, Prat M. Temperature gradient induced double stabilization of the evaporation front within a drying porous medium [J]. *Phys Rev Fluids*, 2018, 3(11): 114201.
- [22] Zeng S Y, Du Z L, Lv W, et al. Experimental study on the hygrothermal dynamics of peanut (*Arachis hypogaea* Linn.) in the process of superposition and variable temperature drying [J]. *Dry Technol*, 2021: 1-17.

- [23] Franco C M R, Lima A G B, Farias V S O, *et al.* Modeling and experimentation of continuous and intermittent drying of rough rice grains [J]. *Heat Mass Transf*, 2020, 56(3): 1003-1014.
- [24] 李远志, 胡晓静, 张文明, 等. 胡萝卜薄片热风与热泵结合干燥工艺及特性研究 [J]. 食品与发酵工业, 2000, 26(1): 3-6.
- [25] Kumar C, Karim M A, Joardder M U H. Intermittent drying of food products: A critical review [J]. *J Food Eng*, 2014, 121: 48-57.
- [26] 盘喻颜, 段振华, 钟静妮. 利用低场核磁共振技术分析月柿果片微波间歇干燥过程中的内部水分变化 [J]. 食品工业科技, 2021, 42(14): 33-39.
- [27] Li Y H, Wan N, Wu Z F, *et al.* A three-stage microwave-vacuum, pulsed-vacuum, and vacuum drying method for *Lotus* seeds [J]. *J Food Process Preserv*, 2020, 44(11): e14896.
- [28] 魏来, 安可婧, 唐道邦, 等. 生姜间歇真空微波干燥工艺优化 [J]. 食品科技, 2019, 44(2): 116-122.
- [29] 温家豪, 董继先, 王栋, 等. 马铃薯片间歇微波真空干燥工艺优化 [J]. 食品工业, 2021, 42(1): 130-135.
- [30] 袁越锦, 荆雪松, 雷旭, 等. 旋转闪蒸干燥设备的流体动力学分析 [J]. 陕西科技大学学报, 2018, 36(5): 134-140.
- [31] 吕军良, 朱菊红, 朱谢勇. 旋转闪蒸干燥器在阿奇霉素生产中的应用 [J]. 中国化工贸易, 2015(4): 144.
- [32] Maache-Rezzoug Z, Rezzoug S A, Allaf K. Kinetics of drying and hydration of the scleroglucan polymer. A comparative study of two conventional drying methods with a new drying process: Dehydration by successive pressure drops [J]. *Dry Technol*, 2001, 19(8): 1961-1974.
- [33] Wang X T, Gao Z J, Xiao H W, *et al.* Enhanced mass transfer of osmotic dehydration and changes in microstructure of pickled salted egg under pulsed pressure [J]. *J Food Eng*, 2013, 117(1): 141-150.
- [34] Xie Y C, Gao Z J, Liu Y H, *et al.* Pulsed vacuum drying of rhizoma dioscoreae slices [J]. *LWT*, 2017, 80: 237-249.
- [35] Zhang W P, Pan Z L, Xiao H W, *et al.* Pulsed vacuum drying (PVD) technology improves drying efficiency and quality of *Poria cubes* [J]. *Dry Technol*, 2018, 36(8): 908-921.
- [36] 劳凤华, 郭婷, 段振华, 等. 干燥方式对冻融大果山楂片品质的影响 [J]. 食品工业, 2020, 41(1): 92-96.
- [37] Li Y, Wang X, Wu Z, *et al.* Dehydration of hawthorn fruit juices using ultrasound-assisted vacuum drying [J]. *Ultrason Sonochem*, 2020, 68: 105219.
- [38] Thompson L H, Doraiswamy L K. Sonochemistry: Science and engineering [J]. *Ind Eng Chem Res*, 1999, 38(4): 1215-1249.
- [39] 马空军, 黄玉代, 贾殿赠, 等. 超声空化泡相界面逸出时相间传质的研究 [J]. 声学技术, 2008, 27(4): 486-491.
- [40] 楼海军, 韦小红. 微波真空干燥技术的探讨 [J]. 科技资讯, 2012, 10(3): 63.
- [41] 柏文科, 麻林, 廖正根. 微波真空干燥工艺在仙灵骨葆方提取物中的适应性研究 [J]. 机电信息, 2015(11): 36-41.

[责任编辑 崔艳丽]