

温度对中药浸膏粉吸湿动力学的影响

姚瑞雯¹, 张爱玲², 鲁铁³, 刘微^{1,2}, 何雁¹, 饶小勇^{1,2}, 罗晓健^{1,2*}, 彭琳¹

1. 江西中医药大学, 江西 南昌 330004

2. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西 南昌 330004

3. 北京翰林航宇科技发展股份公司, 北京 102200

摘要: 目的 研究温度对中药浸膏粉吸湿动力学过程的影响, 为中药制备、储存过程中温度控制提供理论依据。方法 选择 13 种中药浸膏粉, 利用动态水分吸附仪在相对湿度 75%, 温度 20、30、40 °C 下测定吸湿动力学数据, 利用动力学模型拟合吸湿过程的动力学曲线, 分析温度对吸湿动力学的影响。结果 双指数模型为最佳拟合模型, 升高温度可以明显降低平衡吸湿量 (equilibrium moisture content, EMC), 加快吸湿速度, 减少达到吸湿平衡的时间。结论 在浸膏粉生产和储存过程中, 温度是影响其稳定性的关键因素之一, 因此需要严格控制环境温度, 减缓中药浸膏粉储存过程中吸湿。

关键词: 中药浸膏粉; 吸湿; 动力学模型; 温度; 红外光谱

中图分类号: R283.6 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2024)19-6546-09

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2024.19.009

Effect of temperature on moisture absorption kinetics of traditional Chinese medicine extract powder

YAO Ruiwen¹, ZHANG Ailing², LU Tie³, LIU Wei^{1,2}, HE Yan¹, RAO Xiaoyong^{1,2}, LUO Xiaojian^{1,2}, PENG Lin¹

1. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China

2. National Engineering Research Center for Manufacturing Technology of Solid Preparations of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China

3. Beijing Hanlin Aerospace Technology Development Co., Ltd., Beijing 102200, China

Abstract: Objective To explore the effect of temperature on the hygroscopic kinetic process of traditional Chinese medicine (TCM) extract powder, the theoretical basis for temperature control during the preparation and storage process of TCM. **Methods** The moisture absorption kinetics data of 13 kinds of TCM extract powder were measured by dynamic moisture adsorption instrument at relative humidity of 75% and temperature of 20, 30, and 40 °C. The kinetic curve of moisture absorption process was fitted by kinetic model, and the influence of temperature on moisture absorption kinetics was analyzed. **Results** The double exponential model is the best fit model. Increasing the temperature can significantly reduce the equilibrium moisture content (EMC), accelerate the moisture absorption rate, and reduce the time to reach the moisture absorption balance. **Conclusion** During the production and storage of extract powder, temperature is one of the key factors affecting its stability. Therefore, it is necessary to strictly control the ambient temperature to slow down the moisture absorption during the storage of TCM extract powder.

Key words: traditional Chinese medicine extract powder; moisture absorption; dynamic model; temperature; infrared spectrum

中药浸膏粉 (下称“浸膏粉”) 以水等为溶剂提取饮片, 提取液经浓缩, 干燥制成, 除含有药效成分外, 还含有大量多糖、小分子糖、蛋白质等成分, 这些成分分子结构中含有许多羟基、羰基、胺基等

能与水分子形成氢键等基团, 是浸膏粉易吸湿性的主要原因^[1]。吸湿后浸膏粉流动性差、黏性大, 易结块, 严重影响制剂的成型性、生产的顺利性和制剂的稳定性, 甚至会影响药物疗效和安全性^[2]。影响

收稿日期: 2024-04-19

基金项目: 江西省重点研发计划项目: 中药配方颗粒干法制粒技术智能化开发 (S2021ZPYFB0258); 国家药品监督管理局药物制剂技术研究
与评价重点实验室开放项目: 中药固体制剂干法制粒关键技术研究 (2023TREDP01); 江西省卫生计生委中医药科研课题 (2014A012)

作者简介: 姚瑞雯, 硕士研究生, 研究方向为中药制剂。E-mail: 1549190329@qq.com

*通信作者: 罗晓健, 教授, 博士生导师, 研究方向为中药制剂。E-mail: luoxj98@126.com

浸膏粉吸湿性的关键因素除其所含化学成分结构特点外,还与相对湿度、环境温度和暴露时间等^[3]外界因素密切相关。吸湿动力学是研究一定相对湿度和温度条件下,浸膏粉含水量随时间变化的规律^[4]。浸膏粉生产、储存均在一定温度、湿度的环境中进行,浸膏粉可能会吸附或解吸附水分,因此,了解浸膏粉的吸湿动力学特点,对筛选处方工艺,确定浸膏粉及其固体制剂生产过程暴露环境时间、温度和有效期具有重要的指导意义。

目前,关于浸膏粉的吸湿动力学研究已有许多报道^[5-6],主要涉及不同湿度条件下,浸膏粉及其与不同辅料配伍的吸湿量随时间的变化,以经验模型、理论推导模型拟合实验数据,确定最佳拟合模型,对中药防潮技术的研究有一定指导作用。但是,温度是影响浸膏粉吸湿的关键因素之一,环境温度对浸膏粉吸湿动力学的影响鲜有报道,影响了人们对浸膏粉吸湿动力学特点的深入了解。根据本课题组之前的研究,发现含有多糖、小分子糖、有机酸的中药易吸湿,故本实验选择 13 种中药浸膏粉(党参、山茱萸含多糖、小分子糖、有机酸;乌梅含多糖、有机酸;穿心莲、独一味、牛膝、川芎、玉竹、胡芦巴、葛根含多糖;裸花紫珠、鸡血藤含黄酮类成分;银杏叶经大孔吸附树脂除去多糖等成分作为对照)进行吸湿性研究。采用动态水分吸附仪测定吸湿动力学数据,确定最佳拟合模型,分析温度对 13 种浸膏粉吸湿速率、达到平衡吸湿量(equilibrium moisture content, EMC)的时间(t_{EMC})和 EMC 的影响,为浸膏粉制备、储存过程的温度控制提供理论依据。

1 仪器与材料

1.1 仪器

Mastersizer3000 型激光粒度仪,英国马尔文仪器有限公司;SPS23-100n 型动态水分吸附仪,德国 ProUmid 公司;Spectrum One 型傅里叶变换红外光谱仪,英国 Perkin Elmer 公司;JZ-7 型粉体振实密度仪,成都精新粉体测试设备有限公司。

1.2 材料

中药饮片:党参(批号 20230304)、玉竹(批号 20230301)、鸡血藤(批号 20230809)、川芎(批号 20230802)、山茱萸(批号 20230201)、裸花紫珠(批号 20230106)、牛膝(批号 20230105)、乌梅(批号 20230212)、穿心莲(批号 20230308)、独一味(批号 20230101)、葛根(批号 20230211)、胡芦巴(批

号 20230212),均购自于江西江中中药饮片有限公司,经江西中医药大学刘勇教授鉴定,党参为桔梗科党参属植物党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf.的干燥根、玉竹为百合科黄精属植物玉竹 *Polygonatum odoratum* (Mill.) Druce 的干燥根茎、鸡血藤为豆科密花豆属植物密花豆 *Spatholobus suberectus* Dunn 的干燥藤茎、川芎为伞形科藁本属植物川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort.的干燥根茎、山茱萸为山茱萸科山茱萸属植物山茱萸 *Cornus officinalis* Sieb. et Zucc.的干燥成熟果肉、裸花紫珠为马鞭草科紫珠属植物裸花紫珠 *Callicarpa nudiflora* Hook. et Arn.的干燥叶、牛膝为苋科牛膝属植物牛膝 *Achyranthes bidentata* Bl.的干燥根、乌梅为蔷薇科杏属植物梅 *Prunus mume* (Sieb.) Sieb. et Zucc.的干燥近成熟果实、穿心莲为爵床科穿心莲属植物穿心莲 *Andrographis paniculata* (Burm. f.) Nees 的干燥地上部分、独一味为唇形科独一味属植物独一味 *Lamiophlomis rotata* (Benth.) Kudo 的干燥地上部分、葛根为豆科葛属植物野葛 *Pueraria lobata* (Willd.) Ohwi 的干燥根、胡芦巴为豆科胡芦巴属植物胡芦巴 *Trigonella foenum-graecum* L.的干燥成熟种子,均符合《中国药典》2020 年版要求。

12 种浸膏粉均按照国家配方颗粒质量标准中提取工艺制备^[7],银杏叶浸膏粉(经大孔吸附树脂除去多糖等强吸湿性成分)由扬子江制药有限公司提供,批号 20200101。各浸膏粉均过六号筛。

2 方法与结果

2.1 浸膏粉粉体学性质的测定

浸膏粉粒径使用激光粒度仪测定,以空气为介质,将样品加入干法分散系统的进料斗中,分别测定累积粒度分布数达到 10%、50%、90%时所对应的粒径(D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90})。根据公式(1)计算粒径分布宽度(span)。

$$\text{span} = (D_{90} - D_{10}) / D_{50} \quad (1)$$

采用 JZ-7 型粉体振实密度测定仪测定样品的堆密度(bulk density, ρ_b)和振实密度(tapped density, ρ_t)。称取定量待测粉末缓慢加入已干燥量筒中,轻轻抹平表面,读出待测粉末的体积(V_a),计算 ρ_b 。将上述盛有待测粉末的量筒固定在 JZ-7 型粉体振实密度测定仪中,经 6 min 上下振动后读取待测粉末的体积(V_b),计算 ρ_t 。13 种浸膏粉的粉体学性质见表 1。由表 1 可知,13 种浸膏粉的粒径均小于 175 μm ,其中,通过带式干燥得到的玉竹、党参、独一

表 1 13 种浸膏粉的粉体学数据
Table 1 Micromeritic data of 13 kinds of extract powder

粉末	干燥方式	$D_{10}/\mu\text{m}$	$D_{50}/\mu\text{m}$	$D_{90}/\mu\text{m}$	span	$\rho_b/(\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$	$\rho_v/(\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$
玉竹	带干	15.99	65.81	156.06	2.13	0.45	0.64
党参	带干	6.41	47.17	134.99	2.73	0.32	0.51
川芎	喷干	10.68	20.38	39.25	1.40	0.52	0.83
胡芦巴	喷干	9.12	25.61	57.76	1.90	0.37	0.61
鸡血藤	喷干	16.11	58.31	126.17	1.89	0.40	0.64
葛根	喷干	9.33	31.92	76.25	2.10	0.39	0.60
银杏叶	喷干	7.58	30.12	75.04	2.24	0.39	0.60
独一味	带干	14.29	73.70	172.35	2.14	0.60	0.91
穿心莲	喷干	7.74	25.68	64.83	2.22	0.32	0.52
牛膝	喷干	6.69	21.93	50.48	2.00	0.29	0.45
裸花紫珠	脉冲干燥	15.22	67.05	154.88	2.08	0.55	0.79
乌梅	带干	12.61	55.73	141.77	2.32	0.40	0.74
山茱萸	带干	17.22	75.74	174.96	2.08	0.36	0.59

味、乌梅、山茱萸的 D_{90} 大于通过喷雾干燥得到的银杏叶、川芎、胡芦巴、葛根、穿心莲、牛膝的 D_{90} ，提示浸膏粉干燥方法的不同会影响其粒径大小；各种浸膏粉的 span 值均 ≥ 1.40 ，表明其粒径分布不均；党参、山茱萸、葛根、穿心莲、牛膝、银杏叶、胡芦巴的 ρ_t 均小于鸡血藤、玉竹、川芎、独一味、裸花紫珠、乌梅的 ρ_t 。

2.2 浸膏粉傅里叶变换红外光谱 (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) 分析

精密称定干燥样品 1 mg，加入溴化钾粉末 100 mg，研匀，取适量细粉压制均匀、略透光的片剂，备用。红外光谱条件：光谱扫描范围 $4\,000\sim 400\text{ cm}^{-1}$ ，扫描 16 次，分辨率为 4 cm^{-1} ，扫描时实时扣除 H_2O 和 CO_2 的背景。各浸膏粉的 FTIR 见图 1。

红外光谱法研究中药，具有宏观、整体、直接、无损、快速的特点；同时还可提供被测样品中主要化学成分的定性和半定量信息^[10]。通过分析比较 13 种浸膏粉的 FTIR 图，可以宏观整体地把握 13 种中药浸膏粉的化学信息。由图 1 可知，13 种浸膏粉含有一些相同的官能团，根据文献报道^[11-12]和经验对浸膏粉主要特征峰波数进行归属， $3\,700\sim 3\,000\text{ cm}^{-1}$ 主要为 O-H 伸缩振动、N-H 伸缩振动和 =C-H 伸缩振动。

除党参外，其余的 12 种中药都不含炔类化合物。党参中虽然含有炔类化合物^[13]，但是其炔类化合物中没有 =C-H ^[14]。因此，推测 13 种浸膏粉在 $3\,700\sim$

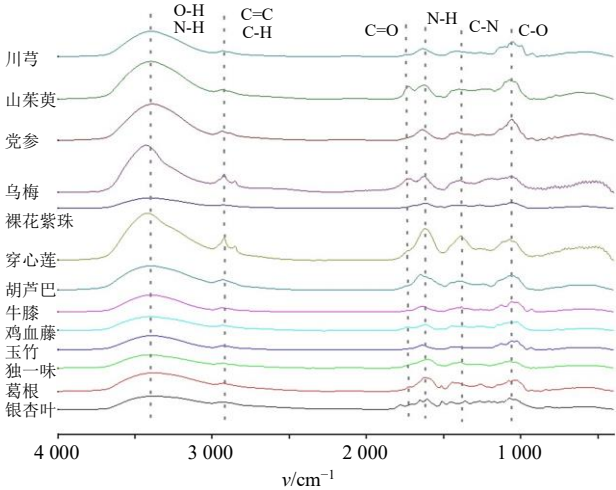


图 1 13 种浸膏粉的 FTIR
Fig. 1 FTIR of 13 kinds of extract powder

$3\,000\text{ cm}^{-1}$ 所形成的峰为 O-H、N-H 共有叠加峰； $1\,800\sim 1\,600\text{ cm}^{-1}$ 主要为 C=O 伸缩振动； $1\,350\sim 1\,000\text{ cm}^{-1}$ 主要为 C-O 伸缩振动； $1\,480\sim 1\,360\text{ cm}^{-1}$ 主要为 C-N 弯曲振动； $3\,000\sim 2\,800\text{ cm}^{-1}$ 主要为 C=C 伸缩振动和 C-H 伸缩振动； $1\,640\sim 1\,560\text{ cm}^{-1}$ 主要为 N-H 的弯曲振动。乌梅及穿心莲具有典型吸收峰：C-H ($2\,820\text{ cm}^{-1}$ 及 $2\,720\text{ cm}^{-1}$)，银杏叶、乌梅、山茱萸及穿心莲具有典型吸收峰：C=O ($1\,700\text{ cm}^{-1}$)，穿心莲中二萜内酯的典型吸收峰：C=C ($1\,600\text{ cm}^{-1}$)。由于 $1\,640\sim 1\,560\text{ cm}^{-1}$ 的峰面积较小，不好进行定量分析，且 N-H 的伸缩振动也会在 $3\,700\sim 3\,000\text{ cm}^{-1}$ 响应，因此，应用软件 spectrum 对 13 种浸膏粉的 O-H、N-H 共有叠加峰面积定量分析，结果见表 2。

2.3 浸膏粉吸湿动力学曲线

用动态水分吸附仪测定样品的吸湿动力学曲线。通过混合不同比例含湿空气与干燥空气控制湿

表 2 13 种浸膏粉 O-H、N-H 共有叠加峰面积
Table 2 Common overlapping peak area of O-H and N-H of 13 kinds of extract powder

浸膏粉	O-H、N-H 共有叠加峰面积/($\text{cm}^2\cdot\text{mg}^{-1}$)	浸膏粉	O-H、N-H 共有叠加峰面积/($\text{cm}^2\cdot\text{mg}^{-1}$)
党参	220.80	乌梅	198.85
玉竹	95.22	穿心莲	246.97
川芎	137.01	独一味	69.20
鸡血藤	96.27	葛根	114.68
山茱萸	211.60	银杏叶	70.94
裸花紫珠	54.45	胡芦巴	146.85
牛膝	95.84		

度环境。样品先置于相对湿度为 0 的环境中脱湿，并作为参比质量，随后样品在 75% 相对湿度下吸湿，设定平衡条件为在 12 min 内质量随时间的变化率 < 0.04%。以时间为横坐标，吸湿量为纵坐标，绘制吸湿动力学曲线。

图 2 显示，相同温度下各样品吸湿量随着时间的变化趋势相似，吸湿初期（1 h 前）各样品吸湿量随时间延长而迅速增加，随后的吸湿量缓慢增加。20 ℃ 时各浸膏粉 EMC 大小：穿心莲 > 山茱萸 > 党参 > 乌梅 > 独一味 > 川芎 > 玉竹 > 胡芦巴 > 牛膝 > 裸花紫珠 > 鸡血藤 > 葛根 > 银杏叶。银杏叶浸膏粉

中无多糖等吸湿性强的成分，故其 EMC 最小。葛根浸膏粉的 EMC 次之，可能与葛根中淀粉含量较高有关^[15]。

多糖、小分子糖、有机酸（枸橼酸、苹果酸等）是浸膏粉强吸湿性的共性物质，党参、山茱萸、乌梅的浸膏粉均含有较多上述成分^[16-18]，故具有较大的 EMC。玉竹、川芎、胡芦巴、裸花紫珠含一定的多糖^[19-22]，浸膏粉也具有较大的 EMC。其他 2 个温度的浸膏粉，EMC 大小表现出类似特点，故不赘述。随着温度的升高，相同浸膏粉的吸湿动力学曲线更快达到吸湿平衡。

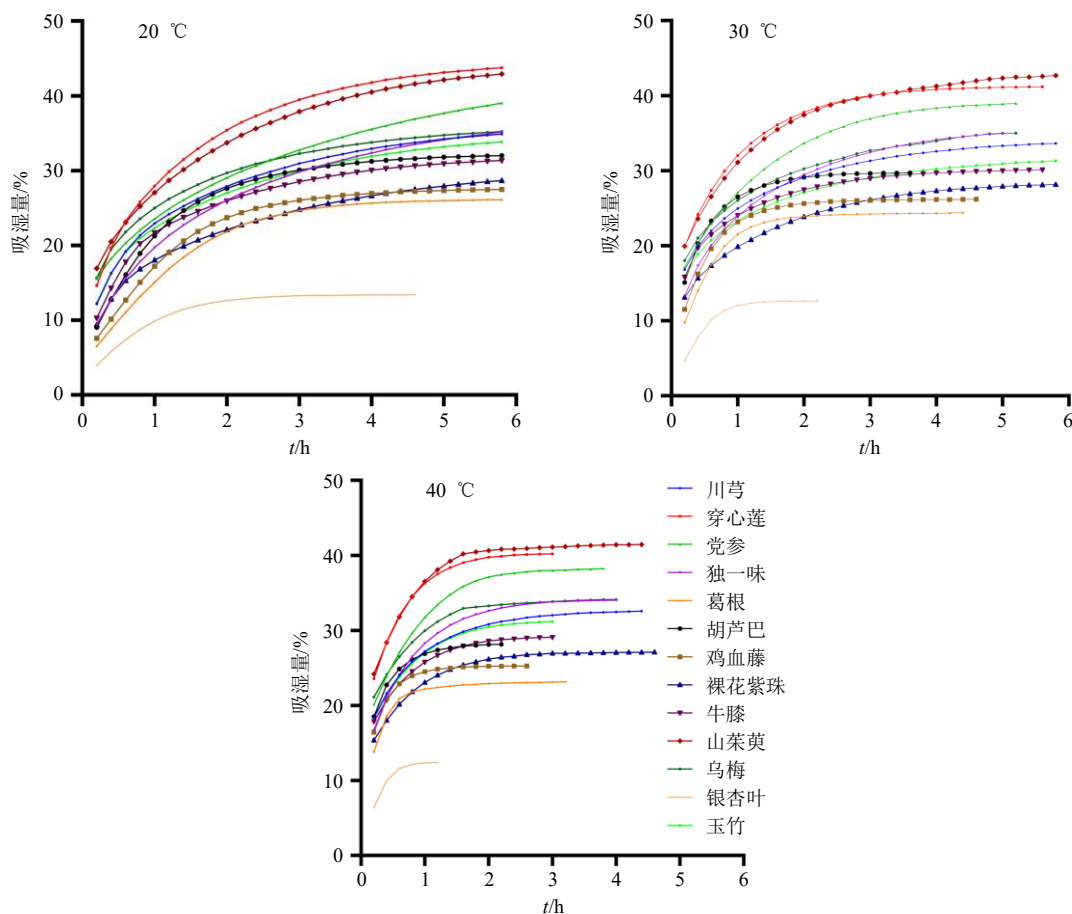


图 2 不同温度下的浸膏粉吸湿动力学曲线

Fig. 2 Moisture absorption kinetics curves of extract powder at different temperatures

2.4 浸膏粉吸湿动力学模型曲线拟合

采用一级模型、二项式模型、双指数模型、Higuchi 模型、Logarithmic 模型、Peleg 模型，拟合 13 种浸膏粉的吸湿动力学曲线，用相关系数 (R^2)、残差平方和 (residual sum of squares, RSS) 和 Akaike 信息准则 (Akaike information criterion, AIC) 评估模型的优劣^[8]，以 R^2 更接近 1，RSS 和 AIC 最小的模型为最佳模型。

使用 6 种吸湿模型拟合浸膏粉在 20、30、40 ℃ 条件下的吸湿动力学数据，表 3 仅展示 20 ℃ 的拟合结果。可知双指数模型的 R^2 均大于 0.999，RSS 值和 AIC 值最小，为 13 种浸膏粉的最佳拟合模型，此结果与许多文献报道一致^[4,23]。30、40 ℃ 浸膏粉吸湿数据拟合结果与 20 ℃ 一致，未予列出。

2.5 数据处理方法

红外光谱数据采用软件 spectrum 转化成吸光度、

表 3 13 种浸膏粉在 20 ℃时吸湿数据 6 种模型的拟合结果

Table 3 Fitting results of six models of moisture absorption data of 13 kinds of extract powder at 20 ℃

浸膏粉	一级模型			二项式模型			双指数模型			Higuchi 模型			Logarithmic 模型			Peleg 模型		
	R^2	RSS	AIC	R^2	RSS	AIC	R^2	RSS	AIC	R^2	RSS	AIC	R^2	RSS	AIC	R^2	RSS	AIC
党参	0.825	211.183	47.366	0.992	9.181	28.552	1.000	0.014	-10.363	0.664	406.328	51.292	0.979	25.076	34.581	0.999	0.662	12.775
玉竹	0.885	101.591	42.975	0.973	24.061	34.333	1.000	0.027	-6.422	0.490	450.159	51.907	0.999	1.024	15.392	0.998	1.862	18.979
川芎	0.906	92.892	42.438	0.970	29.392	35.534	1.000	0.029	-5.993	0.536	457.557	52.005	0.999	1.219	16.438	0.999	1.307	16.856
鸡血藤	0.991	7.845	27.609	0.962	33.647	36.345	1.000	0.400	9.752	0.664	298.755	49.447	0.962	33.780	36.369	0.980	17.715	32.496
山茱萸	0.869	194.379	46.868	0.989	15.596	31.732	1.000	0.018	-8.855	0.578	626.955	53.895	0.991	13.893	31.038	1.000	0.662	12.775
裸花紫珠	0.901	70.640	40.795	0.975	17.899	32.558	1.000	0.024	-7.129	0.662	240.104	48.136	0.998	1.303	16.837	0.997	2.176	19.914
牛膝	0.938	49.676	38.683	0.950	40.550	37.465	0.998	1.242	16.550	0.438	452.214	51.934	0.992	6.833	26.780	0.999	1.134	16.004
乌梅	0.837	119.925	43.971	0.970	22.114	33.827	1.000	0.036	-4.696	0.484	757.853	55.032	0.997	2.546	20.857	0.999	0.441	10.337
穿心莲	0.934	113.722	43.652	0.977	40.311	37.429	1.000	0.022	-7.651	0.606	676.746	54.353	0.994	9.649	28.851	0.999	1.108	15.865
独一味	0.956	61.065	39.921	0.985	21.418	33.635	1.000	0.007	-14.522	0.869	183.185	46.512	0.994	9.103	28.501	1.000	0.173	4.723
葛根	0.993	6.527	26.505	0.977	21.314	33.606	0.999	1.066	15.633	0.775	206.984	47.245	0.965	32.032	36.050	0.981	17.852	32.542
银杏叶	0.996	0.622	12.401	0.950	8.025	27.745	1.000	0.005	-16.540	0.560	70.060	40.746	0.943	9.133	28.521	0.955	7.196	27.091
胡芦巴	0.988	13.083	30.677	0.949	53.909	39.173	1.000	0.193	5.379	0.569	459.327	52.028	0.968	33.787	36.370	0.990	10.763	29.506

基线校正、平滑（平滑点数为 8）处理，保存 ASV 格式数据，使用 Origin 2021 数据分析软件对红外光谱绘图。参考文献方法^[9]，应用软件 spectrum 计算不同浸膏粉 3 700~3 000 cm^{-1} 的峰面积并除以各自浸膏粉的质量。使用 SPSS 21.0 软件统计学分析吸湿动力学数据，用 prismchs 软件绘制吸湿动力学曲线。

2.6 温度对浸膏粉吸湿动力学的影响

2.6.1 吸湿速度 通过绘制吸湿速率 ($\Delta M/\Delta t$) 随着时间的变化，能更好地了解浸膏粉的吸湿行为。图 3 表明，20 ℃时各浸膏粉在 1 h 内吸湿速度急剧下降，随后 2 h 内吸湿速度减慢，5 h 接近零，20 ℃时吸湿 0 h 的速度（moisture absorption 0 h speed, V_0 ）大小：穿心莲>川芎>牛膝>玉竹>乌梅>胡芦巴>山茱萸>裸花紫珠>独一味>党参>鸡血藤>葛根>银杏叶，其他温度下的各浸膏粉吸湿速度曲线都与之相似。

各浸膏粉吸湿 0 h 的速度、吸湿 2 h 后的吸湿速度（moisture absorption rate of 2 h, V_2 ）以及吸湿 2 h 后的速度下降比（ V_2/V_0 ）见表 4。由表 4 可知，浸膏粉吸湿 2 h 时，除乌梅、银杏叶和裸花紫珠外，其余浸膏粉的 V_2/V_0 均随温度升高而显著升高，特别是 40 ℃时，13 种浸膏粉吸湿速度下降比均超过 88%，说明吸湿过程中前 2 h 水分会快速渗入浸膏粉内部，温度越高，水分渗入速度越快。

2.6.2 浸膏粉的 EMC 各浸膏粉的 EMC 数据见表 5。从表 5 可知，不同浸膏粉的 EMC 有明显差别，

银杏叶的 EMC 最小，山茱萸的 EMC 最大，同一浸膏粉的 EMC 随温度升高而逐渐降低。

2.6.3 浸膏粉达到 50%、75%、90%、100% EMC 的时间 ($t_{0.5\text{EMC}}$ 、 $t_{0.75\text{EMC}}$ 、 $t_{0.9\text{EMC}}$ 、 t_{EMC}) 为了说明不同浸膏粉达到 EMC 时间的特点，由双指数模型计算得到 13 种浸膏粉达到 50%、75%、90%、100% EMC 的时间 $t_{0.5\text{EMC}}$ 、 $t_{0.75\text{EMC}}$ 、 $t_{0.9\text{EMC}}$ 、 t_{EMC} ，结果见表 6。从表 6 可知，随着温度的升高，各浸膏粉到达 50%、75%、90%、100% EMC 的时间 $t_{0.5\text{EMC}}$ 、 $t_{0.75\text{EMC}}$ 、 $t_{0.9\text{EMC}}$ 、 t_{EMC} 显著减少。例如 20 ℃时，浸膏粉在 1 h 内达到 50% EMC，在 7 h 内达到 90% EMC，EMC 快速升高主要集中在吸湿过程中的前 1 h。

2.6.4 浸膏粉吸湿量标准差曲线 图 4 是 12 种浸膏粉（银杏叶提取物除外）不同温度、相同时间吸湿量的标准差（standard deviation, SD）曲线，可清晰显示温度对吸湿量随时间延长的总体影响。SD 值越大表示各浸膏粉的相同时间吸湿量差异越大，SD 值不变表示各浸膏粉的吸湿达到了平衡。

从图 4 可知，20 ℃吸湿过程中前 0.6 h，由于各浸膏粉的吸湿位点多，故吸湿量的 SD 值升高，其后至 1.2 h SD 值基本不变，之后逐渐升高，且差别明显。30 ℃吸湿 SD 曲线与 20 ℃不同，5 h 后 SD 基本无变化，40 ℃吸湿 SD 曲线与 30 ℃差别明显，2 h 后 SD 值无变化，表明各浸膏粉吸湿达到平衡。比较不同温度吸湿量标准差曲线，发现升高

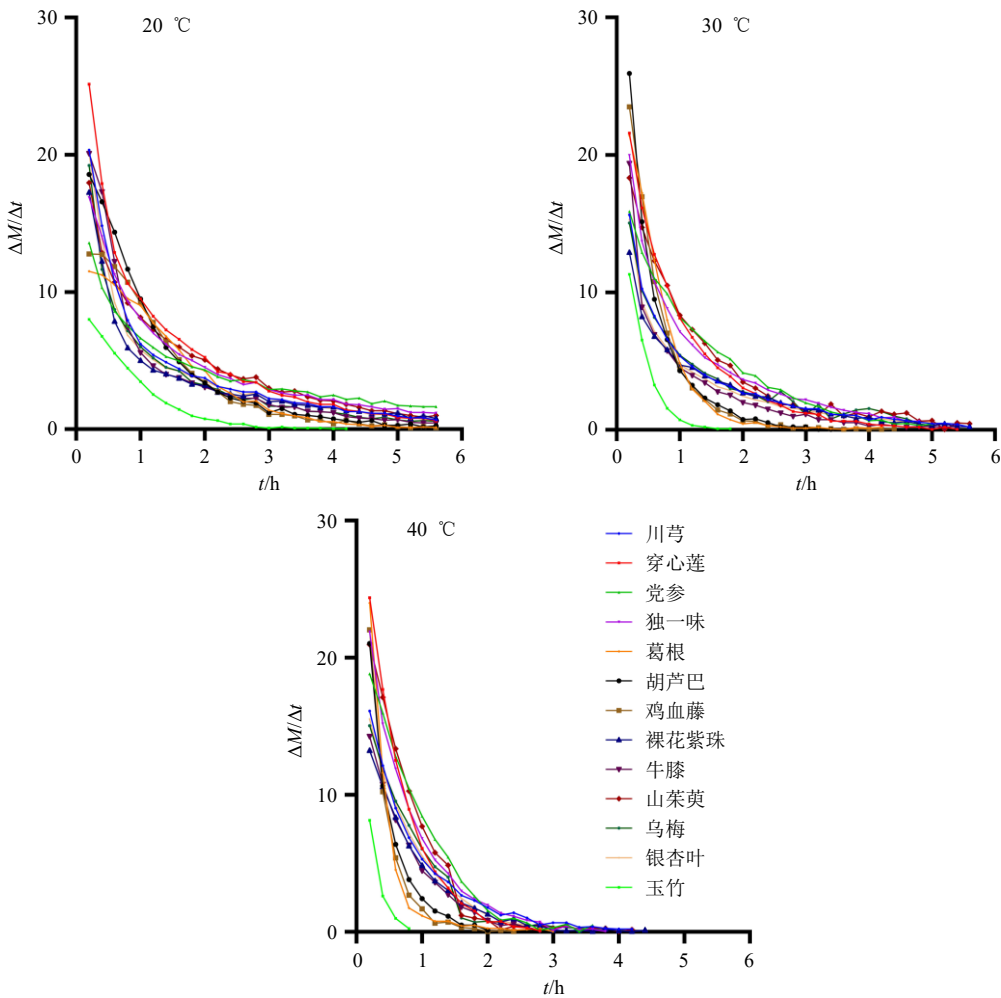


图 3 13 种浸膏粉吸湿速度曲线

Fig. 3 13 kinds of extract powder moisture absorption rate curve

表 4 各浸膏粉吸湿 0、2 h 后速度以及吸湿 2 h 后的速度下降比

Table 4 Speed of each extract powder after moisture absorption for 0, 2 h and decrease rate after moisture absorption for 2 h

浸膏粉	20 °C			30 °C			40 °C		
	$V_0(\Delta M/\Delta t)$	$V_2(\Delta M/\Delta t)$	$V_0/V_2/\%$	$V_0(\Delta M/\Delta t)$	$V_2(\Delta M/\Delta t)$	$V_0/V_2/\%$	$V_0(\Delta M/\Delta t)$	$V_2(\Delta M/\Delta t)$	$V_0/V_2/\%$
党参	13.58	4.32	68.20	15.88	4.15	73.88	18.83	1.56	91.72
玉竹	20.08	3.55	82.34	15.30	2.46	83.95	15.52	1.22	92.12
川芎	20.35	3.73	81.69	15.64	2.67	82.95	16.12	1.78	88.95
鸡血藤	12.78	3.43	73.19	23.50	0.66	97.20	22.03	0.04	99.82
山茱萸	17.97	5.06	71.83	18.33	3.47	81.04	20.96	0.87	95.86
裸花紫珠	17.26	3.20	81.46	12.90	2.68	79.26	13.24	1.30	90.20
牛膝	20.09	3.06	84.75	19.39	2.00	89.68	14.26	0.85	94.03
乌梅	19.23	3.20	83.33	15.05	2.80	81.42	15.04	0.78	94.81
穿心莲	25.14	5.25	79.14	21.59	3.05	85.85	24.38	0.72	97.03
独一味	16.88	4.52	73.25	19.97	3.66	81.68	21.89	1.96	91.05
葛根	11.50	4.27	62.87	21.42	0.44	97.96	24.00	0.26	98.91
银杏叶	8.00	0.76	90.48	11.32	0.08	99.29	8.15	0.25	96.98
胡芦巴	18.57	3.37	81.84	25.92	0.75	97.09	21.04	0.12	99.41

表 5 13 种浸膏粉的 EMC

Table 5 EMC of 13 kinds of extract powder

浸膏粉	EMC/%			浸膏粉	EMC/%		
	20 ℃	30 ℃	40 ℃		20 ℃	30 ℃	40 ℃
党参	44.64	39.57	38.48	乌梅	35.23	35.02	34.12
玉竹	35.65	31.85	30.16	穿心莲	44.81	41.32	40.34
川芎	36.77	34.25	32.73	独一味	38.33	36.15	34.21
鸡血藤	27.62	26.20	25.27	葛根	26.51	24.26	23.41
山茱萸	44.88	44.00	41.36	银杏叶	13.43	12.70	12.46
裸花紫珠	31.04	28.68	27.12	胡芦巴	32.87	29.78	28.25
牛膝	35.56	30.25	28.55				

表 6 浸膏粉达到 50%、75%、90%、100% EMC 的时间 $t_{0.5EMC}$ 、 $t_{0.75EMC}$ 、 $t_{0.9EMC}$ 、 t_{EMC}

Table 6 Time of reaching 50%, 75%, 90%, and 100% EMC of extract powder

粉末	$t_{0.5EMC}/h$			$t_{0.75EMC}/h$			$t_{0.9EMC}/h$			t_{EMC}/h		
	20 ℃	30 ℃	40 ℃	20 ℃	30 ℃	40 ℃	20 ℃	30 ℃	40 ℃	20 ℃	30 ℃	40 ℃
川芎	0.540	0.200	0.100	1.910	1.050	0.650	4.130	2.460	1.450	14.000	5.800	4.400
穿心莲	0.550	0.230	0.084	1.700	0.887	0.490	3.310	1.810	0.990	16.000	5.600	3.000
党参	0.832	0.350	0.153	3.240	1.260	0.710	6.670	2.350	1.350	16.000	5.200	3.800
独一味	0.940	0.420	0.212	2.680	1.340	0.710	5.270	2.600	1.380	16.000	5.000	4.000
葛根	0.780	0.310	0.150	1.620	0.660	0.330	2.710	1.090	0.602	6.000	4.400	3.200
胡芦巴	0.620	0.194	0.092	1.420	0.522	0.304	2.700	1.050	0.663	14.000	3.600	2.200
鸡血藤	0.670	0.260	0.105	1.430	0.610	0.295	2.420	1.090	0.580	8.000	4.600	2.600
裸花紫珠	0.640	0.260	0.084	2.400	1.260	0.630	4.990	2.590	1.290	12.000	5.800	4.600
牛膝	0.630	0.173	0.018	2.200	0.760	0.495	6.240	1.860	1.080	16.000	5.600	3.000
山茱萸	0.550	0.280	0.012	1.990	1.100	0.552	3.960	2.330	1.090	16.000	5.800	4.400
乌梅	0.314	0.170	0.011	1.360	1.040	0.517	3.090	2.490	1.110	14.000	5.200	4.000
银杏叶	0.715	0.294	0.193	1.150	0.530	0.346	1.710	0.820	0.530	3.200	2.000	1.000
玉竹	0.496	0.190	0.055	1.920	1.020	0.570	4.120	2.490	1.190	12.000	5.800	3.000

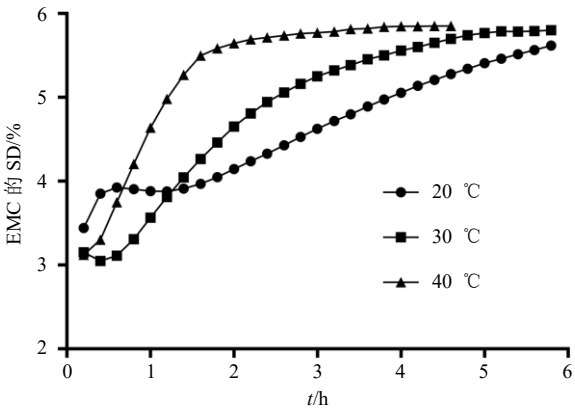


图 4 温度对 12 种浸膏粉不同时间吸湿量 SD 的影响

Fig. 4 Effect of temperature on moisture absorption SD of 12 kinds of extract powder at different time

下的 V_0 和 EMC 显著正相关 ($P<0.05$) 外, 其他温度下的 EMC 与 V_0 没有相关性。粉体学数据与 O-

温度可显著缩短浸膏粉达到吸湿平衡时间, 此结果与刘来亭等^[24]研究饲料吸湿动力学结果类似。

2.7 相关性分析

采用 Pearson 检验对表 1、2、5 中的所有数据, 表 4 中 3 个温度下的 V_0 和表 6 中达到 100% EMC 的时间 t_{EMC} 这些数据进行相关性分析^[25], 结果见图 5。由图 5 可知, 红外光谱中 O-H、N-H 共有叠加峰面积与浸膏粉的 EMC 呈极显著正相关 ($P<0.01$), 说明浸膏粉中含羟基、胺基越多, 平衡吸湿量越大。EMC 与 t_{EMC} 也呈显著正相关 ($P<0.05$), 表明浸膏粉的 EMC 越大, 达到平衡的时间越长。但是除 20 ℃

H、N-H 共有叠加峰面积, 不同温度的 EMC、 V_0 、 t_{EMC} 之间没有相关性, 表明粉体学性质不会影响浸膏粉的吸湿性。

3 讨论

本实验选择 13 种中药浸膏粉, 在相对湿度 75%、温度 20、30、40 ℃ 条件下, 研究温度对浸膏粉吸湿动力学的影响。试验结果表明, 吸湿动力学数据呈现吸湿量在前 2 h 内随时间延长而快速增加, 随后缓慢增加的趋势, 双指数模型是 13 种浸膏粉吸湿动力学曲线的最佳模型。以吸湿速度、吸湿速度下降比、达到 50%、75%、90%、100% EMC 的时间 ($t_{0.5EMC}$ 、 $t_{0.75EMC}$ 、 $t_{0.9EMC}$ 、 t_{EMC})、以及吸湿量标准差曲线为指标分析浸膏粉吸湿动力学特点。发现吸湿初期, 浸膏粉的吸湿速度最大, 随后显著降低, 吸湿量变化也呈现相同趋势。升高温度能显著

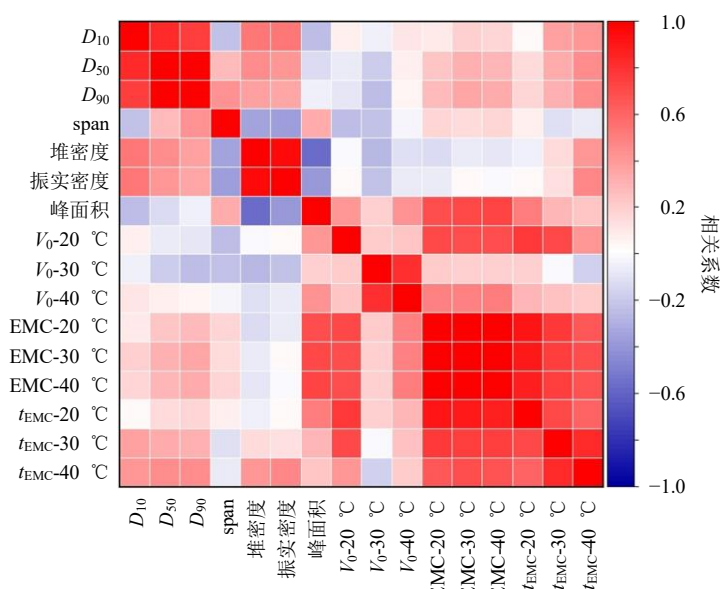


图 5 相关性分析热图

Fig. 5 Correlation analysis heat map

加快吸湿速度、加大吸湿速度下降比、缩短达到吸湿平衡时间，减少水分的吸湿。

浸膏粉吸湿的动力^[26]是其内外的水分浓度梯度。吸湿初期较高的水分浓度梯度促进了含水量的快速增加。而被吸收的水分降低了水分浓度梯度，使得浸膏粉吸湿速度变缓直至平衡，使得吸湿动力学曲线呈先快速增加，后缓慢提升的趋势。浸膏粉吸湿的机制是水分的吸附与扩散，升高温度既可增加水分子的动能，又能促进水分的扩散，增加水溶性成分的溶解，从而提高吸湿速度，缩短吸湿平衡时间^[27]。从浸膏粉吸湿量标准差曲线可以清晰呈现温度能够显著缩短达到吸湿平衡的时间。另外，升高温度可以增加水分子的动能，但不利于浸膏粉吸湿。但是，比较两者的试验结果，温度对缩短浸膏粉吸湿平衡时间的作用更为显著。

一般来说，粉体的表面积越大吸湿速度越快^[28]，相关性分析结果表明，浸膏粉的吸湿 V_0 与 D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 没有相关性，有人在牛膝浸膏粉吸湿试验中也得到类似结果^[29]，可能是由于浸膏粉的粒径足够小（均小于 $175\ \mu\text{m}$ ）、质地疏松，使得“表面积效应”不显著。除此之外，本实验相关性分析结果表明浸膏粉的粉体学性质也不会影响吸湿动力学。

浸膏粉中含有较多的有多糖、小分子糖、蛋白质有关等成分，是浸膏粉容易吸湿的物质基础^[3]。本实验采用红外光谱法技术，分析浸膏粉在谱图中谱峰的性质，及其对应官能团的归属，通过相关性

分析发现红外光谱中 O-H、N-H 共有叠加峰面积与浸膏粉的 EMC 呈极显著正相关 ($P < 0.01$)，提示浸膏粉成分中分子的羟基、胺基等基团数量越多，吸湿量越大。O-H、N-H 共有峰面积是否为分浸膏粉吸湿成分结构的一个共性点，以及是否可以作为快速判断浸膏粉吸湿性大小的指标值得进一步研究。

除了温度以外，湿度也是影响浸膏粉吸湿动力学的主要因素之一^[2]。例如，朱诗竟等^[30]研究了不同湿度环境下中药浸膏粉体吸湿动力学，结果表明湿度越高，吸湿率越高，达吸湿平衡时间越长。通过本实验的实验结果并结合朱诗竟等^[30]的研究结果来看，粉体特性不会对浸膏粉的吸湿动力学产生太大影响，而化学成分、温湿度才是影响浸膏粉吸湿动力学的主要因素。本实验结果表明，浸膏粉在生产和储存过程，应当根据其吸湿动力学特点，确定合适的环境温度。采用粉体表面修饰技术进行浸膏粉表面改性和制剂处方优化时，选择的辅料应该具有较好水分阻隔作用^[31]，且注意其分散的均匀性，以减少粉体的吸湿速度和水分在粉体内的扩散作用，从而降低浸膏粉的吸湿性。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 赵立杰, 王俊杰, 冯怡, 等. 中药原料吸湿行为研究 [J]. 中国新药杂志, 2018, 27(3): 361-368.
- [2] 辛海怡, 成明建, 黄国华, 等. 浅析温湿度对药房中药配方颗粒及传统中药饮片的影响 [J]. 当代临床医刊,

- 2021, 34(4): 80-81.
- [3] 秦春娟, 闫明, 王振中, 等. 基于多品种水-醇双提物的中药粉体性质影响颗粒吸湿性的研究 [J]. 中草药, 2023, 54(4): 1120-1126.
- [4] 乔子桐, 付慧敏, 张纯刚, 等. 芪黄通秘软胶囊吸湿动力学研究 [J]. 中南药学, 2022, 20(1): 70-74.
- [5] 张东元, 张青铃, 罗友华, 等. 复方板蓝根利咽颗粒防潮制粒工艺优化 [J]. 中成药, 2023, 45(2): 545-549.
- [6] 张淑丹, 高建德, 宋萍, 等. 不同药用辅料对枸杞颗粒吸湿性及成型性的影响 [J]. 中成药, 2020, 42(6): 1406-1410.
- [7] 郭丁禹, 李娜, 曲晓波, 等. 基于标准汤剂的党参配方颗粒制备工艺研究 [J]. 吉林中医药, 2019, 39(11): 1505-1508.
- [8] 李望铭, 马荣琨, 贾庆超, 等. 基于反演法计算不同温度下小麦面团的水分扩散系数 [J]. 食品工业科技, 2023, 44(11): 111-117.
- [9] Lin G Y, Yang H P, Wang X H, *et al.* The moisture sorption characteristics and modelling of agricultural biomass [J]. *Biosyst Eng*, 2016, 150: 191-200.
- [10] 陈建波, 杨乐, 刘芬, 等. 中药配方颗粒辅料麦芽糊精的 HPLC 定量检测与中红外光谱半定量检测 [J]. 中草药, 2023, 54(20): 6629-6642.
- [11] 陆艳, 张雨霏, 杨光明, 等. 山茱萸炮制过程中的红外光谱与美拉德反应 [J]. 南京中医药大学学报, 2016, 32(1): 79-82.
- [12] 郑钧文, 刘刚, 宋霄雪, 等. 不同生长阶段银杏叶片的傅里叶变换红外光谱研究 [J]. 光谱学与光谱分析, 2023, 43(S1): 45-46.
- [13] 兰晓燕, 周利, 李翔, 等. 党参的研究进展及其质量标志物的预测分析 [J]. 中国中药杂志, 2023, 48(8): 2020-2040.
- [14] 成铭, 皮文霞, 陆兔林, 等. 党参地上部分的党参炔苷、多糖含量测定及影响因素分析 [J]. 中药材, 2020, 43(5): 1092-1098.
- [15] 范淼崑, 刘荣华, 邵峰, 等. 葛根化学成分研究 [J]. 中药材, 2022, 45(8): 1877-1885.
- [16] 黄延盛, 张欣, 刘耀军, 等. 我国不同产地党参药材中糖类成分比较分析 [J]. 南昌大学学报: 工科版, 2022, 44(4): 326-334.
- [17] 杨亚焱, 王瑞, 钱程程, 等. 乌梅化学成分、药理作用研究进展及质量标志物预测 [J]. 中成药, 2023, 45(5): 1583-1588.
- [18] 杨青, 余永亮, 许兰杰, 等. 山茱萸化学成分研究进展 [J]. 安徽农业科学, 2022, 50(21): 25-27.
- [19] 刘洁, 冯梦晗, 杨晓芹, 等. 川芎化学成分研究 [J]. 中药材, 2022, 45(4): 848-852.
- [20] 李妙然, 秦灵灵, 魏颖, 等. 玉竹化学成分与药理作用研究进展 [J]. 中华中医药学刊, 2015, 33(8): 1939-1943.
- [21] 何彦峰, 马宏婷, 王瑞楠, 等. 胡芦巴化学成分和药理活性研究进展 [J]. 中国中药杂志, 2021, 46(16): 4069-4082.
- [22] 陈倩倩, 邹献亮, 俞桂新. 裸花紫珠的化学成分研究 [J]. 中草药, 2023, 54(1): 15-28.
- [23] 韩鹏军, 薛志峰, 张丽娜, 等. 3 种中药颗粒剂的吸湿性及数学模型拟合 [J]. 天津中医药大学学报, 2018, 37(4): 326-331.
- [24] 刘来亭, 杨覃, 蔡凤英, 等. 饲料原料吸湿动力学模型研究 [J]. 饲料工业, 2021, 42(21): 34-40.
- [25] 胡军, 张超, 陈平雁. 非参数双变量相关分析方法 Spearman 和 Kendall 的 Monte Carlo 模拟比较 [J]. 中国卫生统计, 2008, 25(6): 590-591.
- [26] Youssefian S, Vandadi M, Jakes J E, *et al.* Effect of moisture content on ion diffusion and glass transition temperature in wood cell walls [J]. *Biomacromolecules*, 2024, 25(2): 666-674.
- [27] Moisture sorption kinetics of switchgrass, big bluestem, and brome grass biomass [J]. *Trans ASABE*, 2014, 57(4): 1219-1230.
- [28] 丁志平, 乔延江. 不同粒径黄连粉体的吸湿性实验研究 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2004, 10(3): 5-7.
- [29] 孙道开, 范益芹. 不同牛膝浸膏粉体表面特征与吸湿性的关系探索 [J]. 中药材, 2018, 41(3): 677-681.
- [30] 朱诗竟, 丁青龙, 狄留庆, 等. 不同湿度环境下中药浸膏粉体吸湿动力学模型拟合优选 [J]. 中草药, 2013, 44(20): 2833-2840.
- [31] 刘慧, 罗晓健, 何雁, 等. 麦芽糊精对党参喷干粉吸湿特性及热力学性质的影响 [J]. 中国中药杂志, 2024, 49(6): 1540-1548.

[责任编辑 郑礼胜]