

干燥对煮散颗粒粉体学特性的影响

梁少瑜¹, 曾永长², 朱咸阳¹, 汪涛¹, 仝小林³, 向飞军^{1*}

(1. 广东康美药物研究院有限公司, 广州 510000; 2. 广州一品红制药有限公司, 广州 510760;
3. 中国中医科学院广安门医院, 北京 100053)

[摘要] 目的: 考察药材含水量对煮散颗粒粉体学特性的影响。方法: 采用筛分法测定煮散颗粒的粒径分布, 量筒法测定堆积密度和振实密度, 固定漏斗法测定休止角, 观察外观性状, 考察含水量对煮散颗粒的粉体学特性的影响。结果: 采用低温干燥法, 设定干燥温度 60 ℃。当干姜、炙甘草、焯苦杏仁、水蛭含水量依次控制约 11%, 8%, 12%, 5% 时, 制备的煮散颗粒粒径分布、流动性及外观性状均较好。结论: 中药饮片含水量对煮散颗粒的粉体学特性参数具有重要影响, 适度干燥处理有助于制备粉体学特性较好的煮散颗粒。

[关键词] 干燥温度; 煮散颗粒; 粉体学特性; 含水量; 粒径分布; 休止角; 水蛭; 炙甘草; 干姜; 苦杏仁

[中图分类号] R283.6; R944.2+7 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)13-0038-03

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2014130038

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20140513.1547.029.html>

[网络出版时间] 2014-05-13 15:47

Effect of Drying on Micromeritic Properties of Boiling Powder Granules

LIANG Shao-yu¹, ZENG Yong-chang², ZHU Xian-yang¹, WANG Tao¹, TONG Xiao-lin³, XIANG Fei-jun^{1*}

(1. Guangdong Kangmei Pharmaceutical Research Institute Co. Ltd, Guangzhou 510000, China;

2. Guangzhou Yipinhong Pharmaceutical Co. Ltd, Guangzhou 510760, China;

3. Guang'anmen Hospital, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100053, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate effect of moisture content on micromeritic properties of boiling powder granules. **Method:** Particle size distribution of boiling powder granules was determined by screening method, bulk density and tap density were measured by graduated cylinder assay, angle of repose was determined by fixed-funnel method, then observed grinding characteristics by microscope, effect of moisture content on micromeritic properties of boiling powder granules was investigated. **Result:** Low temperature drying was adopted with temperature at 60 ℃. When moisture contents of Zingiberis Rhizoma, Glycyrrhizae Radix et Rhizoma Praeparata Cum Melle, Armeniacae Semen Amarum and Hirudo controlled about 11%, 8%, 12% and 5%, respectively, these prepared boiling powder granules had good particle size distribution, mobility and appearance characters. **Conclusion:** Moderate drying helped to prepare boiling powder granules with good micromeritic properties.

[Key words] drying temperature; boiling powder granules; micromeritic properties; moisture content; particle size distribution; angle of repose; Hirudo; Glycyrrhizae Radix et Rhizoma Praeparata Cum Melle; Zingiberis Rhizoma; Armeniacae Semen Amarum

[收稿日期] 20130926(002)

[基金项目] 北京市科学技术委员会“十病十药”研发项目(Z121102001112010)

[第一作者] 梁少瑜, 博士, 从事名优中成药二次开发与新制剂研究, Tel:18011760956, E-mail:lsy1199@126.com

[通讯作者] * 向飞军, 教授级高级工程师, 从事中药新药研究与开发, Tel:020-39389798, E-mail:xiangfeijun@126.com

煮散剂始见于东汉张仲景的《伤寒杂病论》,其制法包括捣筛、锉麻豆大、煮后去渣温服。煮散制备的首要步骤为粉碎处理,物料性质和应力类型等内、外部条件均会影响粉碎效果,其中物料性质如强度、硬度、韧性、含水量、密度等对粉碎效果的影响尤为显著。根据物料的特性,常用粉碎方法主要有干法粉碎、湿法粉碎及低温粉碎,其中以干法粉碎最为多见。一般而言,药材含水量越少,药材脆性增加,越有利于粉碎;但含水量减少,粉碎后细粉比例增加,粉体总表面能增大,重聚结块倾向加剧,粉体不稳定,故适度干燥是干法粉碎的前提。本实验通过对4种不同性质中药饮片(富含纤维的干姜、蜜炙后富含纤维的炙甘草、富含油脂的焯苦杏仁及强韧性的水蛭)进行干燥、粉碎处理,考察物料含水量对粉碎特性的影响,为饮片煮散颗粒的制备提供实验依据。

1 材料

SCSJ-80型粗碎机(广州市旭朗机械设备有限公司),AL204型电子天平(梅特勒-托利多仪器有限公司),101-23型数显电热鼓风干燥箱(沪越科学实验仪器厂),TC-15型套式恒温器(海宁市新华医疗

器械厂),BX-51型显微镜(日本Olympus公司)。

干姜、炙甘草、焯苦杏仁、水蛭均购自康美药业有限公司,产地依次为四川、内蒙古、山东、山东,经南方医科大学中药鉴定教研室马骥教授鉴定分别为姜科植物姜 *Zingiber officinale* Rosc. 的干燥根茎,豆科植物甘草 *Glycyrrhiza uralensis* Fisch. 的干燥根及根茎,蔷薇科植物杏 *Prunus armeniaca* L. 的干燥成熟种子,水蛭科动物蚂蝗 *Hirudo nipponica* Whitman 的干燥全体;标准筛(2.000,0.850,0.355,0.250,0.180,0.150 mm,浙江上虞市华丰五金仪器有限公司),试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 药材的预处理 称取干姜、炙甘草、焯苦杏仁、水蛭各5份,每份200 g,其中1份不作处理,剩余4份低温干燥处理(至于60℃烘箱中分别干燥4,8,12,16 h),制备不同含水量的药材饮片,测定各饮片水分(炙甘草、水蛭参考2010年版《中国药典》一部附录IX H第一法,干姜参考附录IX H第二法,焯苦杏仁参考GB/T 14489.1-2008),结果见表1。

表1 药材干燥时间、含水量与煮散颗粒粒径分布的关系

药材	干燥 时间/h	含水量 /%	2.000~0.850 mm/%	0.850~0.355 mm/%	0.355~0.250 mm/%	0.250~0.180 mm/%	0.180~0.150 mm/%	<0.150 mm/%
干姜	0	14.37	56.70	24.49	11.35	5.68	0.52	1.26
	4	11.86	58.43	22.73	7.77	2.58	3.12	5.38
	8	10.33	53.51	25.37	7.99	2.21	2.64	8.29
	12	9.28	53.37	24.87	6.84	3.97	2.47	8.48
	16	8.54	48.54	25.66	8.48	2.85	3.45	11.02
炙甘草	0	9.64	65.83	21.57	5.45	2.60	1.45	2.10
	4	8.81	70.01	18.02	5.92	2.05	1.46	2.54
	8	8.12	65.01	19.42	6.65	2.97	2.41	3.54
	12	7.25	59.40	22.62	7.92	3.56	2.89	3.62
	16	6.49	58.33	21.82	8.72	4.29	3.12	3.72
焯苦杏仁	0	12.02	71.00	25.67	2.33	1.00	0.00	0.00
	4	9.15	62.67	29.00	7.99	0.33	0.00	0.00
	8	8.11	68.33	23.96	7.07	0.64	0.00	0.00
	12	7.63	64.72	25.77	8.71	0.60	0.20	0.00
	16	7.14	63.32	26.30	10.15	0.13	0.10	0.00
水蛭	0	6.12	62.17	21.63	12.84	1.56	0.42	1.38
	4	5.16	52.85	28.42	11.59	4.09	1.08	1.98
	8	4.33	52.15	29.51	11.90	3.92	0.72	1.79
	12	3.76	49.57	29.80	12.77	5.70	0.83	1.33
	16	3.49	44.32	31.08	13.58	8.29	1.16	1.57

2.2 煮散颗粒最粗粉的制备 取预处理过的药材饮片,配套 2 mm 筛片的粗碎机进行粉碎,得不同含水量的各药材煮散颗粒最粗粉。

2.3 干燥对粒度分布的影响^[1] 取不同含水量的各药材煮散颗粒最粗粉 30 g,称定质量,置规定的药筛中,保持水平状态过筛,左右往返,边筛动边轻叩 5 min。取各药筛上的粉体,称定质量,结果见表 1。

2.4 干燥对松密度、振实密度的影响^[2] 量筒干燥后称重 (M_0),置漏斗颈下,量筒顶距漏斗颈部 2 cm,使漏斗和量筒同心,将样品(约 50 g)沿漏斗壁旋转倒入漏斗中,使样品连续流出,刮刀轻轻夷平粉末顶部,不压实,精密称定质量 (M_1)并记录未处理的外观体积 (V_0)。用机械轻叩装有样品的量筒,将量筒举起 (10 ± 2) mm,让量筒自由落下,250 次/min,轻叩量筒 500 次,记录振实后体积 (V_1),按公式 $[(M_1 - M_0)/V_0]$ 计算松密度,按公式 $[(M_1 - M_0)/V_1]$ 计算振实密度,结果见表 2。

表 2 药材含水量对煮散颗粒松密度、振实密度、休止角的影响

药材	含水量 /%	松密度 /g·mL ⁻¹	振实密度 /g·mL ⁻¹	休止角 /°
干姜	14.37	0.387 3	0.520 4	43.70 ± 0.29
	11.86	0.395 1	0.523 8	39.72 ± 0.53
	10.33	0.407 3	0.531 7	41.11 ± 0.57
	9.28	0.418 0	0.541 1	41.14 ± 0.47
	8.54	0.416 7	0.542 4	42.37 ± 0.62
炙甘草	9.64	0.356 9	0.401 7	41.85 ± 0.65
	8.81	0.353 3	0.394 4	40.17 ± 0.07
	8.12	0.367 0	0.400 6	39.43 ± 0.29
	7.25	0.369 2	0.399 6	41.83 ± 0.37
	6.49	0.364 7	0.410 0	42.74 ± 0.26
焯苦杏仁	12.02	0.450 1	0.601 4	39.27 ± 1.18
	9.15	0.453 6	0.605 2	40.98 ± 0.07
	8.11	0.468 2	0.613 5	41.33 ± 0.81
	7.63	0.476 4	0.612 3	41.13 ± 0.61
	7.14	0.471 1	0.613 8	41.44 ± 0.51
水蛭	6.12	0.411 5	0.502 2	45.60 ± 1.03
	5.16	0.419 2	0.516 9	40.64 ± 0.12
	4.33	0.418 8	0.519 7	40.57 ± 0.60
	3.76	0.449 2	0.548 7	41.67 ± 0.35
	3.49	0.457 0	0.559 0	41.98 ± 0.45

2.5 干燥对流动性的影响^[2] 采用经典固定漏斗法。将漏斗固定于水平放置的绘图纸的上方距离,漏斗下口距绘图纸的高度记为 H ,小心地将微粉倒入漏斗中,直至漏斗下形成的圆锥体的尖端接触到漏斗的下口为止,圆锥体直径记为 $2R$,按公式 $\text{tg}\theta =$

H/R 计算休止角 (θ),结果见表 2。

2.6 干燥对外观性状的影响 观察煮散颗粒断面形貌、颗粒长径比、圆润性、表面棱角数目及产品均匀性发现,随着饮片含水量的减少,煮散颗粒的产品均匀性降低;干姜、水蛭随着含水量的减少,断面平整、规整性提高,长径比缩小,表面棱角数减少;苦杏仁煮散颗粒外貌随含水量变化不大,但随干燥时间的延长,煮散颗粒的重聚结块现象加重;炙甘草随含水量的减少,颗粒圆润性和长径比变化不大,颗粒重聚结块现象减轻。

3 讨论

饮片含水量是衡量饮片质量好坏的重要指标之一,与饮片霉变现象的发生密切相关,宜控制在“安全水分”限度内。国家医药管理局公布的中药饮片安全水分范围大部分在 10% ~ 19%,处于该范围内的饮片虽质量不易发生变化,但饮片性质如软硬程度、可塑性、黏性等仍会不同程度影响后续的制剂过程。

中药材干燥方法主要有晒干、阴干、烘干、低温干燥、微波干燥等。干姜富含挥发油,水蛭抗凝血活性成分具有热不稳定性,蜜炙甘草存在黏性问题,文献报道干燥温度对干姜中 6,8,10-姜酚含量有一定影响^[3],恒温干燥法对蜜炙甘草质量亦有一定影响,故本文优选低温干燥法,设定干燥温度 60 °C。

粒径分布范围、松密度、振实密度、流动性及外观性状是评价煮散颗粒粉体学特征的重要指标。在根茎类中药饮片粉碎过程中,随饮片含水量的增大,粉碎粒径增大,细粉减少,粉体均匀性增加,松密度和振实密度减小;饮片韧性增强,粉碎时塑性形变增大,粉体断面平整性和规整性降低,表面棱角增多,长径比增大,粉体流动性变差;粉碎后颗粒间更易产生交联,即颗粒间相互作用增强,致使重聚结块现象加重。故通过适度干燥,控制干姜、炙甘草、焯苦杏仁、水蛭含水量分别约 11%,8%,12%,5%,有利于制备粉体学特性较好的煮散颗粒。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:附录 66.

[2] 张兆旺. 中药药剂学[M]. 北京:中国中医药出版社,2003:69.

[3] 韩燕全,左冬,夏伦祝,等. 不同干燥方法和温度对干姜中 6,8,10-姜酚含量的影响[J]. 中药材,2011,34(10):1512.

[责任编辑 刘德文]