

参芪益气固本片干燥方法考察

李向军, 王世华, 安军永, 王超, 李云鹏, 秦拢, 王猛, 王永
(石家庄以岭药业股份有限公司, 石家庄 050035)

[摘要] 目的: 确定参芪益气固本片最佳的干燥方法。方法: 分别采用减压干燥、喷雾干燥、带式干燥进行优选, 以出粉量、水分、薄层色谱、芍药苷含量为指标考察。结果: 确定带式干燥方法, 真空度为 -0.1 MPa, 湿度 80 $^{\circ}\text{C}$, 加料速度 5 L, 腹带速度 10 Hz。结论: 优选的干燥方法合理, 有效成分不被破坏, 适合连续的大生产, 且可以降低生产成本, 提高本品的市场竞争力。

[关键词] 参芪益气固本片; 带式干燥; 减压干燥; 喷雾干燥; 薄层色谱

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)16-0023-03

Shenqi Yiqi Guben Tablet with Different Drying Methods

LI Xiang-jun, WANG Shi-hua, AN Jun-yong, WANG Chao, LI Yun-peng, QIN Long, WANG Meng, WANG Yong
(Shijiazhuang Yiling Pharmaceutical Co. Ltd., Shijiazhuang 050035, China)

[Abstract] **Objective:** To ascertain the best drying method for Shenqi Yiqi Guben tablet. **Method:** Optimized process respectively with vacuum drying, spray drying and belt drying, inspected the amount of powder, water content, thin layer chromatography, paeoniflorin as the index. **Result:** The belt drying was the best process. Vacuum of -0.1 MPa, drying temperature 80 $^{\circ}\text{C}$, feed rate 5 L, track speed 10 Hz. **Conclusion:** The optimal drying method is reasonable, the active ingredient is not destroyed, suitable for continuous large-scale production, and can reduce production costs and improve the market competitiveness of this product.

[收稿日期] 20110409(001)

[第一作者] 李向军, 高级工程师, 河北以岭医药研究院副院长, 从事中药和化药的新药注册工作及新药质量标准、成型工艺方面的研究, Tel: 0311-85901748, E-mail: 10321@126.com

- [7] 张珊珊, 贺福元, 胥新元. 补阳还五汤及单味药材多糖成分含量的比较研究[J]. 湖南中医学院学报, 2001, 21(1): 13.
- [8] 李卫斌, 阳文辉, 黄锁义. DNS法测定黄柏中总糖的含量[J]. 右江民族医学院学报, 2008, 30(1): 13.
- [9] 赵宇, 彭晓霞. 多糖类化合物提取工艺研究[J]. 医药卫生, 2006, 35(2): 223.
- [10] Zhang L, Zhang M, Chen J, et al. Solution properties of antitumor carboxy-methylated derivatives of bate-(1,3)-D-glucan from Ganoderma Lucidum [J]. Chinese J Polym Sci, 2001, 19(3): 283.
- [11] Zhang L M. Cellulosic associative thickeners [J]. Carbohydr Polym, 2001, 45(1): 1.
- [12] Hayashi Katsuhiko. Preparation method of acidic polysaccharide [P]. JP: 2001-288202, 2001-10-16.
- [13] 唐崎, 王维香, 王晓君. 碱法提取川芎多糖的研究 [J]. 时珍国医国药, 2008, 19(9): 2096.
- [14] 向鸣, 王维香, 王晓君. 超声波提取川芎多糖的工艺优选 [J]. 中成药, 2008, 30(11): 1621.
- [15] 禹文峰, 任凤莲, 吴晓斌. 百合多糖的超声波提取工艺研究 [J]. 广州化学, 2007, 32(2): 23.
- [16] Shin K S, Kiyohara H, Matsumoto T, et al. Rhamnogalacturonon II dimers cross-linked by borate diesters from the leaves of Panax ginseng C. A. Meyer are responsible for expression of their IL-6 production enhancing activities [J]. Carbohydr Res, 1998, 307: 97.
- [17] Kouhata Takao. Polysaccharide obtation from unicellular alga and its manufacturing method [P]. JP: 20-027092, 2004-01-02
- [18] 冯青然, 陈燕军. 中药提取工艺研究进展 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2003, 21(9): 62265.

[责任编辑 全燕]

[Key words] Shenqi Yiqi Guben tablet; belt drying; vacuum drying; spray drying; TLC

参芪益气固本片为根据中医理论的自拟处方,由人参、山银花、白芍、连翘、当归等 8 味药组成的中药复方制剂,功能补气养血。用于气血两亏所致的四肢倦怠、面色无华、耳鸣目眩。由于该复方中成分复杂,含糖、苷类等有效成分较多,提取液黏度大,且方中多种成分对热不稳定,在中药制剂研究过程中,干燥工艺^[1]在制剂的成型工艺中起着决定性的关键作用,因此本文选择了常用的减压干燥、喷雾干燥、带式干燥 3 种干燥方法进行研究,以出粉量、水分、薄层色谱、芍药苷含量 4 个指标进行干燥方法的优选。

1 仪器与试剂

SODA-12 型喷雾干燥机(上海大川原干燥设备有限公司),YZG1000 型减压干燥箱(金榜轻工机械有限公司),BV450 型真空带式干燥机组(温州金榜轻工机械有限公司),HS3120D 型号超声波清洗器(浙江省象山县石蒲海天电子仪器厂),AG285 型电子天平(上海梅特勒-托利多仪器有限公司)。

芍药苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号 110736-201035),人参皂苷 Rg₁, Re, Rb₁ 对照品(中国食品药品检定研究院,批号分别为 110703-201027, 110754-200822, 110704-200921),连翘苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号 110821-201112),连翘(中国食品药品检定研究院,批号 120908-200914),当归(中国食品药品检定研究院,批号 120927-201014),山银花、白芍等药材(均购自安国中药材市场,经本公司田青存高级工程师鉴定),乙腈为色谱纯,甲醇等为分析纯,桶装乐百氏水。

2 方法与结果

2.1 药材提取 称取 90 个处方量的药材,按照确定的工艺进行提取,提取液浓缩至相对密度约 1.10 (60 °C 热测),提取液平分 3 等份,备用。

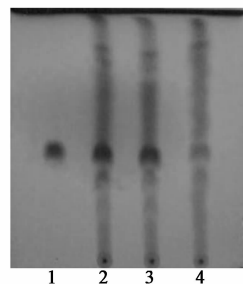
2.2 考察指标测定

2.2.1 出粉量考察 从已分好的 3 份提取液中,取 1 份放入减压干燥箱中,在真空度为 -0.07 MPa, 60 °C 的条件下减压干燥,干燥后得粉 2.5 kg;取 1 份进行喷雾干燥,喷雾条件为进风温度 170 °C, 出风温度 80 °C, 辅风温度 40 °C, 输液泵频率 2.0 Hz, 结果药液黏壁严重,最后得粉 1.8 kg;取 1 份进行带式干

燥,带式干燥条件为真空度为 -0.1 MPa,干燥温度 80 °C,加料速度 5 L,履带速度 10 Hz,结果干燥过程顺利,干燥后得粉 2.9 kg。由结果可知,3 种干燥方法以带式干燥最好,减压干燥次之,喷雾干燥最差。

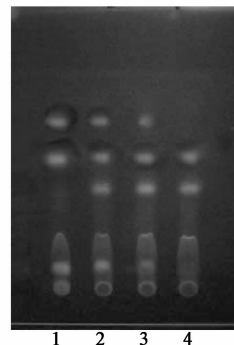
2.2.2 水分测定 取 3 种不同干燥方法的干膏粉各 2~5 g,按 2010 年版《中国药典》一部^[2]水分测定法第一法测定,结果减压干燥、喷雾干燥、带式干燥所得干膏粉中水分分别为 3.7%, 8.6%, 5.1%。从结果可知,3 种干燥方法所得干膏粉的含水量减压干燥最少,带式干燥次之,喷雾干燥最高。

2.2.3 薄层鉴别 分别取 3 个不同干燥方法的样品,按照质量标准中各自的薄层鉴别条件进行,见图 1~4。



1. 当归对照药材;2. 喷雾干燥样品;
3. 带式干燥样品;4. 减压干燥样品

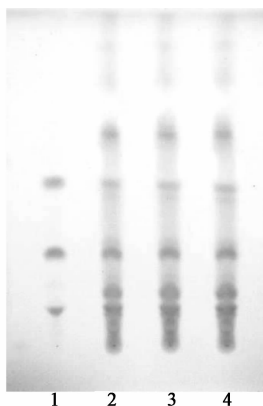
图 1 赤芍 TLC 鉴别



1. 当归对照药材;2. 喷雾干燥样品;
3. 带式干燥样品;4. 减压干燥样品

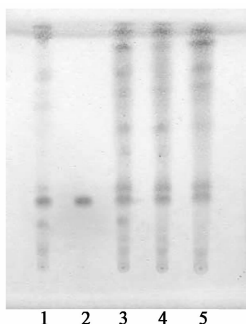
图 2 当归 TLC 鉴别

对 3 种干燥方法的各个药材的薄层色谱进行评价打分,评价标准以色谱斑点清晰,斑点大,数量多,背景浅为最好,来判薄层色谱的结果,打分规则为,最好的打 3 分,其次 2 分,最差的 1 分,差别较小的均打 2 分,计算总分。带式干燥、减压干燥、喷雾干燥依次为 8, 5, 10。根据打分结果可以确定,3 种



1. 人参对照品;2. 喷雾干燥样品;
3. 带式干燥样品;4. 减压干燥样品

图3 人参 TLC 鉴别



1. 连翘对照药材;2. 连翘苷对照品;3. 喷雾干燥样品;
4. 带式干燥样品;5. 减压干燥样品

图4 连翘 TLC 鉴别

干燥方法中4味药的薄层色谱以喷雾干燥最好,带式干燥次之,减压干燥较差。

2.2.4 芍药苷含量测定 利用高效液相色谱法测定减压、喷雾、带式干燥粉中的芍药苷质量分数分别为8.8,16.3,15.7 mg·g⁻¹。说明3种干燥方法以喷雾干燥粉中含量最高,减压干燥最低。

3 讨论

在对3种干燥方法的样品进行薄层鉴别时发现,3种干燥工艺对人参的主斑点无影响,而在芍药

苷的色谱图中,减压干燥对主斑点影响较大,带式干燥和喷雾干燥色谱图中主斑点相差不大,但是,与减压干燥相比多了一个浅蓝色的斑点;在当归的薄层鉴别中发现,3种干燥方法对主斑点的影响不大,但喷雾干燥和带式干燥与减压干燥相比,色谱图中多了2个斑点;在连翘的薄层鉴别中发现,3种干燥方法对主斑点的影响不大,但喷雾干燥的色谱图中斑点较多,带式干燥次之,减压干燥斑点较少,且薄层色谱图的斑点数量、大小、背景等都有有差别,特别是喷雾干燥与减压干燥差别较大,分析原因可能是由于3种干燥方法的干燥原理,干燥温度、时间等不同,进而影响化学成分发生变化,说明干燥方法对薄层色谱的影响比较大。

关于提取相对密度对干燥方法的影响,在3种干燥方法中,提取液的相对密度对于干燥方法的选择相对于其他因素影响较小,在以后优选带式干燥参数时,提取液相对密度需要作为一个主要考察指标进行研究,而本文只是干燥方法的考察,在此暂不做为指标进行考察,故本试验选择了常用的提取液相对密度1.10(60℃)进行考察。

带式干燥可以根据制剂成型的具体要求,粉碎采用不同筛网目数,生产出不同的颗粒,直接用于胶囊的填充或压片,与减压干燥和喷雾干燥相比,减少了制粒工序,可降低劳动强度,节省大量的能源,降低生产成本,提高产品的市场竞争力,因此带式干燥在中药制药领域有广阔的应用前景。

[参考文献]

- [1] 沈平嬢,刘志远,黄凯中,等. 中药制药干燥工艺过程技术的工程化研究[J]. 世界科学技术——中医药现代化,2010,12(1):118.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2010:附录52.

[责任编辑 仝燕]