

微波干燥技术在浓缩丸生产中的应用

李慧*, 周里欣

(河南省宛西制药股份有限公司, 河南 南阳 474500)

[摘要] **目的:**考察微波干燥技术在浓缩丸生产中的效果。**方法:**用微波干燥工艺对 3 个浓缩丸品种进行试验,对比烘箱干燥工艺数据。**结果:**产品的性状、溶散时限、水分、微生物限度等质量指标均符合标准规定,微波干燥效果更明显。**结论:**微波干燥具有加热均匀、干燥时间短、提高药品质量的特点,在浓缩丸生产中可以广泛使用。

[关键词] 微波;干燥;浓缩丸

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)19-0047-04

Application of Microwave Drying Technology in Production of Concentrated Pill

LI Hui*, ZHOU Li-xin

(Henan Wanxi Pharmaceutical Co. Ltd., Nanyang 474500, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate effect of microwave drying technology in the production of concentrated pill. **Method:** Three varieties pills were tested by microwave drying process, compared technology data with oven drying. **Result:** The character of products, time-limit of dissolve, moisture, the limit of microorganism were all accord with the regulation of standard. Microwave drying was more effective. **Conclusion:** Microwave drying had characteristics of uniform heating, drying time was short, improved drug quality and so on. It can be widely used in the production of concentrated pill.

[Key words] microwave; drying; concentrated pill

微波干燥不同于传统干燥方式,其热传导方向与水分扩散方向相同,与传统干燥方式相比,具有干燥速率大、节能、生产效率高、干燥均匀、清洁生产、易实现自动化控制和提高产品质量等优点,因而在中药生产中越来越受到重视。本文采用微波灭菌干燥设备对 3 种不同性质的浓缩丸进行干燥,实践表明,微波对丸药有加热均匀,干燥时间短,热转换效率高,节约能源,连续式生产,提高生产效率等优点,生产出来的产品完全符合质量标准,该技术已在河南省宛西制药股份有限公司浓缩丸生产中应用。

1 材料

六味地黄丸(浓缩丸),《中国药典》2010 年版一部收载品种;逍遥丸(浓缩丸),《卫生部药品标准中

药成方制剂》第 11 册收载品种;金芪降糖丸(浓缩丸),收载于《国家食品药品监督管理局标准》YBZ03332008;3 个品种均为由公司丸剂车间提供。

WMG-70B 型多层隧道微波干燥机(甘肃省天水华圆设备有限公司)。

2 方法与结果

2.1 浓缩丸制法

2.1.1 六味地黄丸(浓缩丸) 取炮制合格饮片,牡丹皮用水蒸气蒸馏法提取挥发性成分(丹皮酚结晶);药渣与部分酒萸肉、熟地黄、茯苓、泽泻加水煎煮、浓缩成稠膏;山药与剩余酒萸肉粉碎过 100 目筛,混匀,与上述稠膏和丹皮酚结晶混匀,制丸,干燥,打光,即得。

2.1.2 逍遥丸(浓缩丸) 取炮制合格饮片,柴胡、当归(1/2)、薄荷、干姜提取挥发油,药渣与白术、茯苓、加水煎煮、浓缩成稠膏,白芍及剩余当归粉碎成

[收稿日期] 2011-05-03

[通讯作者] * 李慧, Tel:13569218561

细粉。取甘草(1/4),粉碎过 100 目筛,剩余甘草制成浸膏,将上述药膏、药粉及挥发油及饴糖适量混匀,制丸,干燥,打光,即得。

2.1.3 金芪降糖丸(浓缩丸) 取炮制合格饮片,黄连粉碎成细粉,黄芪用 50% 乙醇回流提取、浓缩成清膏;取部分金银花粉碎成细粉,剩余金银花用水温浸(80 ℃)2 次,浸液减压浓缩成清膏,合并上述清膏,继续浓缩稠膏,加黄连、金银花细粉,混匀,制丸,干燥,上光即得。

2.2 干燥工艺 根据浓缩丸不同品种的特性,选择六味地黄丸(含多糖、挥发性成分)、逍遥丸(含纤维、挥发性成分)、金芪降糖丸(含黏稠浸膏且药丸较大),3 个浓缩丸品种为研究对象,根据不同品种的特性和湿丸含水率,调节输送带转速,控制药丸进料厚度和干丸含水率等工艺参数,以药丸溶散时限和水分作为工艺控制指标,选择各品种的最佳干燥工艺路线。干燥前 3 个品种药粉质量情况见表 1。

表 2 微波干燥试验控制参数

品名	批号	湿丸含水率/%	速率/m·min ⁻¹	温度设定/℃	烘干时间/min	药丸数量/kg
六味地黄丸(浓缩丸)	20110301	32.7	2.0	95	19	1 800
	20110302	33.2	2.0	95	20	1 803
	20110303	33.0	2.0	95	19	1 812
逍遥丸(浓缩丸)	20110301	35.2	2.1	95	21	1 756
	20110302	35.5	2.1	95	21	1 764
	20110303	35.2	2.1	95	23	1 760
金芪降糖丸(浓缩丸)	20110201	36.3	1.9	100	20	2 001
	20110202	35.9	1.9	100	22	1 998
	20110203	36.0	1.9	100	19	2 004

2.2.2 烘箱干燥 设定物料厚度为 15 mm,烘干时间为 9 h,干燥 5 h 后倒一次炕(炕架内外对调,互换位置)。见表 3。

表 3 浓缩丸传统烘箱烘干工艺参数

品名	批号	湿丸含水率/%	温度设定/℃	烘干时间/h	药丸数量/kg
六味地黄丸(浓缩丸)	20100901	33.5	95	9	1 801
	20100902	33.2	95	9	1 820
	20100903	33.9	95	9	1 812
逍遥丸(浓缩丸)	20100901	34.9	95	9	1 772
	20100902	35.2	95	9	1 775
	20100903	35.7	95	9	1 770
金芪降糖丸(浓缩丸)	20100901	35.9	100	9	2 004
	20100902	35.5	100	9	2 012
	20100903	36.0	100	9	2 000

表 1 3 个品种药粉质量情况

品名	批号	细菌 cfu/单位	霉菌与酵母菌 cfu/单位	大肠埃希菌与活螨
六味地黄丸(浓缩丸)药粉	20110301-3	3.2 × 10 ³	20	未检出
逍遥丸(浓缩丸)药粉	20100901-3	3.0 × 10 ³	25	未检出
逍遥丸(浓缩丸)药粉	20110301-3	9.5 × 10 ²	30	未检出
逍遥丸(浓缩丸)药粉	20100901-3	8.2 × 10 ³	28	未检出
金芪降糖丸(浓缩丸)药粉	20110201-3	2.1 × 10 ³	50	未检出
金芪降糖丸(浓缩丸)药粉	20100901-3	2.0 × 10 ³	52	未检出

2.2.1 微波干燥 设定物料厚度为 10 mm,速率 1.9 ~ 2.1 m·min⁻¹ 进行干燥。

根据公司丸剂质量内控标准要求,药丸的水分在 5.0% ~ 8.3%,六味地黄丸(浓缩丸)、逍遥丸(浓缩丸)、金芪降糖丸(浓缩丸)3 个品种微波干燥试验控制参数见表 2。

2.3 质量检验 根据企业内控标准对以上六味地黄丸(浓缩丸)、逍遥丸(浓缩丸)、金芪降糖丸(浓缩丸)3 个浓缩丸品种不同方法、不同批次进行检验,检验结果^[3]见表 4,5。

试验结果显示,微波干燥、烘箱干燥后的成品检验均符合质量标准,因微波干燥较烘箱干燥干燥时间大幅缩短,其溶散时限有所降低,而指标性成分含量均有不同程度的提高,且其含量均匀性好,同时可以看到微波干燥有着较好的灭菌效果,细菌总数下降 1 ~ 2 个数量级,便于药丸的贮存。

3 讨论

微波干燥技术在浓缩丸生产过程中,效果明显,作用时间短,不破坏有效成分,同时对环境没有危害,减少了能源浪费,并且微波具有杀菌作用,微波干燥后药丸细菌大幅减少,利于药丸的贮存,从而保

表4 3种浓缩丸质量检验($n=3$)

品名	批号	干燥方法	溶散时限 min/37 °C	水分/%	RSD/%	细菌 cfu/单位
六味地黄丸(浓缩丸)	20110301	微波	45	5.7	2.66	15
	20110302		47	5.9		20
	20110303		45	5.6		<10
	20100901	烘箱	62	5.8	2.65	600
	20100902		66	5.6		580
	20100903		60	5.9		500
逍遥丸(浓缩丸)	20110301	微波	39	6.0	1.69	30
	20110302		39	5.8		30
	20110303		38	5.9		30
	20100901	烘箱	57	6.1	5.8	550
	20100902		55	2.57		570
	20100903		58	5.9		500
金芪降糖丸(浓缩丸)	20110201	微波	75	5.9	6.0	20
	20110202		77	0.97		17
	20110203		72	5.9		15
	20100901	烘箱	80	6.2	5.9	500
	20100902		82	3.49		550
	20100903		85	5.8		560

注:显微鉴别、薄层鉴别均符合规定。霉菌检出均 < 10 cfu/单位,大肠埃希菌与活螨均未检出。

表5 指标性成分检验($n=3$)

品名	批号	干燥方法	含量①/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值 / $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	RSD/%	含量②/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值 / $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	RSD/%	
六味地黄丸(浓缩丸)	20110301	微波	马钱苷	1.8	1.77	3.3	2.4	2.33	2.5
	20110302			1.7			2.3		
	20110303			1.8			2.3		
	20100901	烘箱	丹皮粉	1.6	1.63	3.5	2.0	2.07	2.8
	20100902			1.7			2.1		
	20100903			1.6			2.1		
逍遥丸(浓缩丸)	20110301	微波	芍药苷	8.4	8.50	1.2			
	20110302			8.6					
	20110303			8.5					
	20100901	烘箱	8.6	8.40	2.4				
	20100902		8.2						
	20100903		8.4						
金芪降糖丸(浓缩丸)	20110201	微波	盐酸小檗碱	16.5	16.80	1.6			
	20110202			17.0					
	20110203			16.9					
	20100901	烘箱	15.2	15.77	3.3				
	20100902		15.9						
	20100903		16.2						

载药聚乙烯醇纤维膜的制备及体外释药行为

隋春红^{1*}, 王程², 董顺福¹, 吕绍武², 韩丽琴¹, 张秀荣¹

(1. 吉林医药学院药学院, 吉林 吉林 1320132;

2. 吉林大学分子酶学工程教育部重点实验室, 长春 130012)

[摘要] 目的:对载药聚乙烯醇(PVA)超细纤维膜的制备及体外释药行为进行研究。方法:利用静电纺丝技术制备了相对质量分数分别为 10%、20%、30%、40% 的硒化环糊精(2-SeCD)/聚乙烯醇(PVA)超细纤维,通过红外光谱(FT-IR)以及扫描电镜照片(SEM)对不同质量分数的载药纤维进行了结构和性能的特征,紫外-可见光分光光度计测试了载药超细纤维在人工肠液,人工胃液的体外释药行为。结果:随着 2-SeCD 含量的增加,载药纤维直径变大,累计释药曲线增长趋于缓慢,同一体积分数的载药超细纤维,在人工肠液中的累计释药率高于人工胃液的释药率。结论:载药超细纤维具有较好的缓释效果,有一定的靶向药位。

[关键词] 静电纺丝;载药纤维;聚乙烯醇;缓释

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)19-0050-04

Preparation and Drug Release Behavior *in vitro* of Medicine Loaded PVA Fibrous Membrane

SUI Chun-hong^{1*}, WANG Cheng², DONG Shun-fu¹, LV Shao-wu², HAN Li-qin¹, ZHANG Xiu-rong¹

(1. Department of Pharmacy, Jilin Medical College, Jilin 132013, China; 2. Key Laboratory of Molecular Enzymology and Engineering, Ministry of Education, Jilin University, Changchun 130012, China)

[Abstract] **Objective:** To study on preparation and drug release behavior *in vitro* of medicine loaded polyvinyl alcohol (PVA) fibrous membrane. **Method:** The micro-fibers of 2-SeCD/PVA were prepared by electrospun technique, whose relative weight percentage was 10%, 20%, 30% and 40% respectively. The structure and property of medicine loaded micro-fibers with different weight percentage were characterized by FT-IR and SEM. Drug release behavior *in vitro* of medicine loaded micro-fibers were investigated by ultraviolet-visible spectrometer in artificial intestinal fluid and artificial gastric juice. **Result:** The diameter of medicine loaded fibers became larger with increasing 2-SeCD content, however, the grown of accumulative released medicine curve was

[收稿日期] 20110517(006)

[基金项目] 吉林医药学院科研基金项目(200908)

[通讯作者] * 隋春红, 博士研究生, 从事纳米材料的制备与性质研究, E-mail: suichunhong@163.com

证药品的质量,对浓缩丸剂生产具有重要意义。但是微波干燥对含黏稠药膏多的品种(如金芪降糖丸)的溶散时限有较大影响,因此微波干燥技术在对含黏稠药膏品种的使用范围受到限制。微波干燥技术在浓缩丸生产中具有巨大的潜力,亟待我们更深入的研究。

[参考文献]

- [1] 陈燕,陈羽白. 龙眼微波干燥的试验研究[J]. 广西大学学报:自然科学版,2004,(1):58.
- [2] 卢鹏伟,杨晨华,单雯,等. 六味地黄丸(浓缩丸)微波干燥工艺的验证[J]. 河南大学学报,2005,24(2):31.
- [3] 马绍荣,苏德模主编. 药品微生物学检验手册[M]. 北京:科学出版社. 1999.

[责任编辑] 全燕