

桂枝颗粒生产工艺中提取物的干燥条件

杨保彦, 张卫兵

(山西太行药业股份有限公司, 山西 长治 046000)

[摘要] 目的: 优选桂枝颗粒提取物的最佳干燥工艺参数。方法: 采用正交试验法考察不同干燥温度和时间对桂枝颗粒提取物的芍药苷含量、干膏率及外观性状的影响, 通过方差分析确定最终干燥工艺参数。结果: 桂枝颗粒提取物采用微波真空干燥的最佳参数为干燥温度 85~90℃, 干燥时间 60~90 min。结论: 微波真空干燥时间短, 耗能低, 效率高, 值得在中药提取物干燥工艺中推广应用。

[关键词] 桂枝颗粒; 微波真空干燥; 工艺研究

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)20-0043-03

Study on Drying Condition of Extract in Production Process of Guizhi Granule

YANG Bao-yan, ZHANG Wei-bing

(Shanxi Taihang Pharmaceutical CO. LTD, Changzhi 046000, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize the best technologic parameters for the extract of Guizhi granule. **Method:** Examine various drying temperature and time to the effect of paeoniflor Content, dry extract yield and appearance properties by use of the experimental method, and confirm the best drying technologic parameters through the party's analysis. **Result:** The optimal technologic parameters by use of microwave vacuum dry were as follows: drying temperature was 85-90℃, drying time was 60-90 min. **Conclusion:** Compared with vacuum drying and spray drying, MVD is relatively short time and low.

[Key words] Guizhi granule; microwave vacuum drying; technology research

现代中成药的生产大多需要经过提取、干燥等过程, 而传统的干燥方法时间长、效率低, 不利于生产过程的质量控制。微波真空干燥具有干燥时间短, 效率高, 温度低的特点, 有利于有效成分的保留, 近几年逐步应用于中药生产过程。本文采用正交试验法考察确定了桂枝颗粒浸膏干燥的最佳工艺参数, 提高了桂枝颗粒的生产效率^[1]。

1 材料

Agilent 1200 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司), HWZ10-B 微波真空干燥机(天水华园制药设备

科技有限责任公司)。

桂枝颗粒提取物、芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 110736-200934), 甲醇为色谱纯, 水为双蒸水, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 正交试验设计^[2] 根据预试结果, 确定以桂枝颗粒提取物浸膏干燥温度和时间 2 个因素, 每个因素 3 个水平, 用 $L_9(3^4)$ 正交表进行正交试验。正交试验因素水平见表 1。

表 1 微波干燥工艺正交试验因素水平

水平	A 干燥温度/℃	B 干燥时间/min
1	82.5 ± 2.5	45 ± 15
2	87.5 ± 2.5	75 ± 15
3	92.5 ± 2.5	105 ± 15

[收稿日期] 2011-07-05

[第一作者] 杨保彦, 工程师, 从事新药研发工作, E-mail: zhangwb@sxthyy.com.cn

2.2 正交试验

2.2.1 桂枝颗粒提取物干膏率的测定 取批号为 100401 的桂枝颗粒提取物, 平行称取 9 份样品, 采取微波真空干燥, 设置不同的干燥温度和时间, 干燥完毕, 冷却后再称重, 按照下列公式计算: 干膏率 = 干燥后样品质量 / 干燥前样品质量 × 100%。干膏率测定结果见表 2。

2.2.2 芍药苷的含量测定^[3] 将桂枝颗粒提取物干膏研成细粉, 按照桂枝颗粒现行国家标准对芍药苷进行含量测定, 结果见表 2。

2.2.3 外观性状^[2] 将桂枝颗粒提取物干膏的性状评分标准确定为: 棕褐色且色泽均匀 5 分, 棕褐色但色泽不均匀 3 分, 黑褐色 1 分; 不黏手 5 分, 略黏手 3 分, 黏手 1 分; 气清香, 味苦 5 分, 略有焦糊味 1 分, 严重焦糊味 0 分。评分结果见表 2。

2.3 正交试验结果与分析^[2] 结果通过 3 个指标来综合评价: 桂枝颗粒提取物干膏中的芍药苷含量, 干膏率及干膏外观性状。综合评分 = (芍药苷含量 / 芍药苷含量最大值) × 60 + (1 - 干膏率) × 20 + (性状得分 / 性状得分最高分) × 20, 结果见表 2。

表 2 干燥试验检测结果及评分

No.	芍药苷		干膏率		外观性状	
	mg/g	评分	%	评分	得分	评分
1	19.93	35.38	95.03	0.99	11	14.67
2	22.05	39.14	90.28	1.94	13	17.33
3	22.90	40.65	88.45	2.31	9	12.00
4	26.38	46.83	70.87	5.83	13	17.33
5	33.80	60.00	66.21	6.76	15	20.00
6	25.60	45.44	62.67	7.47	11	14.67
7	20.65	36.66	45.28	10.94	9	12.00
8	19.25	34.07	40.67	11.87	8	10.67
9	17.48	31.03	38.66	12.27	6	8.00

根据正交试验结果, 分别对有关数据进行极差、方差分析, 结果见表 3, 4。

表 3 微波干燥工艺正交试验安排及结果

No.	A	B	C(空白)	D(空白)	综合评分
1	1	1	1	1	51.04
2	1	2	2	2	58.41
3	1	3	3	3	54.96
4	2	1	2	3	69.99
5	2	2	3	1	86.76
6	2	3	1	2	67.58
7	3	1	3	2	59.60
8	3	2	1	3	56.61
9	3	3	2	1	51.30
K_1	54.803	60.210	58.410	63.033	
K_2	74.777	67.260	59.900	61.863	
K_3	55.833	57.947	67.107	60.520	
R	19.974	9.313	8.697	2.513	

极差分析结果表明, 各因素对桂枝颗粒提取物浸膏干燥的影响程度为 $A > B$ 。方差分析结果表明,

表 4 正交试验方差分析

影响因素	SS	f	F	P
A	758.725	2	10.895	<0.05
B	141.563	2	2.033	>0.05
误差	139.28	4		

注: $F_{0.05}(2, 4) = 6.940$ 。

温度对浸膏的干燥有显著影响 ($P < 0.05$)。综合考虑, 确定最佳工艺为 A_2B_2 , 即干燥温度为 85 ~ 90 °C, 干燥时间为 60 ~ 90 min。

2.4 验证试验 取批号 100402 的桂枝颗粒提取物浸膏, 按照优选的最佳干燥工艺分别制成 3 批样品, 按照桂枝颗粒现行国家标准进行含量测定, 结果芍药苷平均质量分数为 32.12 mg·g⁻¹, RSD 0.048%。结果表明该工艺稳定可行。

3 讨论

微波真空干燥机是制药机械工程上一种新型高效的干燥设备, 由于优点之多, 取代了干燥设备中的许多干燥设备。微波真空干燥设备, 无需传热媒介, 升温速度快; 加热均匀, 对物料从内到外同时进行加

桂枝颗粒成型辅料的优选

张卫兵, 杨保彦

(山西太行药业股份有限公司, 山西 长治 046000)

[摘要] 目的: 优选桂枝颗粒的成型辅料。方法: 考察不同种类和比例的辅料对桂枝颗粒成型性、溶化性和吸湿性的影响, 并用综合评分法筛选出制备桂枝颗粒的最优辅料及辅料比例。结果: 制备桂枝颗粒的最优辅料为糊精和乳糖, 两者使用比例为 1:1。结论: 采用该方法制成的桂枝颗粒成型性、溶解性好, 不容易吸湿, 效果理想。

[关键词] 桂枝颗粒; 成型辅料; 吸湿性

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)20-0045-03

Screening of Formative Excipients for Guizhi Granule

ZHANG Wei-bing, YANG Bao-yan

(Shanxi Taihang Pharmaceutical Co. Ltd., Changzhi 046000)

[Abstract] **Objective:** To optimize the formative excipients for Guizhi granule. **Method:** Effects of different types and ratios excipients on the formation, moisture absorption and relative critical humidity of Guizhi granule were examined, and the optimal excipients as well as formula were selected by adoption of the comprehensive scoring method. **Result:** The optimal excipient for preparation of Guizhi granule were dextrin and lactose, and the ratio of between the two was 1:1. **Conclusion:** The Guizhi granule thus prepared is ideal; good in shape, easy to dissolve and not liable to moisture absorption.

[Key words] Guizhi granule; formative excipients; moisture absorption

桂枝颗粒源于张仲景《伤寒论》中的桂枝汤, 为《伤寒论》群芳之冠, 属经典名方, 因配伍严谨, 适应

症广、疗效卓著而在临床沿用至今并大量应用。原方虽然疗效肯定, 但使用、携带极其不便, 故后改为颗粒剂。其处方由桂枝、白芍、甘草、生姜和大枣组成。功能为解肌发表, 调和营卫, 用于外感风邪, 头痛发热, 鼻塞干呕, 汗出恶风。

颗粒剂的制备过程中, 根据主药的性质, 一般需

[收稿日期] 2011-07-05

[第一作者] 张卫兵, 工程师, 从事新药研发、生产工作, Tel: 13191256894, E-mail: zhangwb@sxthy.com.cn

热, 不会出现膨化的效果; 便于控制, 自动化程度高; 微波真空干燥设备加工的产品保质期长, 确保性质稳定。微波真空干燥不仅提高产品品质, 也能提高生产效率, 能够为企业降低设备投资成本, 带来经济效益。

影响中药提取物微波真空干燥的主要因素有干燥温度、干燥时间等, 具体应用时对干燥工艺掌握不好, 如加热温度过高或加热时间过长, 会使提取物发生焦化现象; 如加热温度过低或加热时间过短, 又达不到干燥想要的理想效果。因此本试验采用 2 因素

3 水平的正交实验法, 对桂枝颗粒提取物浸燥工艺进行了详细考察, 并确定了最佳工艺参数。

[参考文献]

- [1] 廖正根, 王光发. 中药提取物的微波真空干燥工艺研究 [C]. 运城: 全国中药创新与研究论坛论文集, 2009: 109.
- [2] 刘立平, 向玉梅. 复方甘草酸苷片的处方工艺研究 [J]. 海南医学院学报, 2009, 15(4): 311.
- [3] 中国药典. 一部 [S]. 2005: 附录 33.

[责任编辑 仝燕]