

金芍胶囊微波真空干燥工艺

蒋东旭^{1,2}, 王德杭¹, 黄有带³, 景运条³, 赖小平^{1,2*}

(1. 东莞广州中医药大学中医药数理工程研究院, 广东 东莞 523808; 2. 广州中医药大学, 广州 510006;
3. 广东德鑫制药有限公司, 广东 江门 529100)

[摘要] 目的: 研究金芍胶囊微波真空干燥工艺参数及生产可行性。方法: 选择微波真空干燥对金芍胶囊提取浓缩液进行干燥, 测定含水量和芍药苷、盐酸小檗碱的保留率。结果: 微波干燥工艺用时较短, 对有效成分的保留较好。结论: 微波干燥工艺适用于金芍胶囊的干燥。

[关键词] 金芍胶囊; 微波真空干燥; 工艺

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)07-0019-03

Research on Microwave Vacuum Drying Process of Jinshao Capsule

JIANG Dong-xu^{1,2}, WANG De-hang¹, HUANG You-dai³, JING Yun-tiao³, LAI Xiao-ping^{1,2*}

(1. Dongguan Mathematical Engineering Academy of Chinese Medicine and Guangzhou University of Traditional Chinese Medicine, Dongguan 523808, China; 2. Guangzhou University of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou 510006, China; 3. Guangdong Dexin Pharma Co Ltd., Jiangmen 529100, China)

[Abstract] **Objective:** research on the process parameters of microwave vacuum drying technology of Jinshao capsule and its manufacturing feasibility. **Method:** Microwave vacuum drying technology was select to dry the concentrated liquid extraction of Jinshao capsule and to determine the moisture content, the retention rate of paeoniflorin and berberine hydrochloride. **Result:** Accessories required for microwave drying process with the shorter retention, retaining the active ingredients better. **Conclusion:** Microwave drying process is suitable for the drying of Jinshao capsule.

[Key words] Jinshao capsule; microwave vacuum drying process; technology

微波干燥不同于传统干燥方式, 其加热原理是使被加热物质的极性水分子随微波频率以每秒几十亿次的高频来回摆动、摩擦而产生的大量热能, 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, 因而在干燥的各个领域越来越受到重视。

金芍胶囊处方源于李可老中医临床经验方“金芍散”, 主要由赤芍、苍术、莪术、黄柏、延胡索、香附、菝葜、三棱、千斤拔等 13 味药材组成, 由于原方为药材原粉入药, 因此在工艺研究中充分考虑了各药材中有效成分的最大保留, 以保证其临床药效。为避免在干燥环节中由于加热时间过长、温度过高而导致的成分损失, 本文选择了微波真空干燥应用于金芍胶囊, 对其工艺参数及可行性进行了研究。

1 仪器与试剂

HWZ-5B 型微波真空干燥机 (广州兴兴微波能设备有限公司); Agilent 1100 高效液相色谱仪; 芍药苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 110736-200630), 盐酸小檗碱对照品 (中国药品生物制品检

[收稿日期] 20101119(002)

[基金项目] 广东省科技厅粤港关键领域重点项目 (2009A030901001)

[第一作者] 蒋东旭, 硕士, 助理研究员, 研究方向: 中药新药研究与开发, Tel: 020-39358103, E-mail: derekking@qq.com

[通讯作者] * 赖小平, 博士, 教授, 研究方向: 中药新药研究与开发, E-mail: lxp88@gzhtcm.edu.cn

定所,批号 110713-200609);甲醇、乙腈为色谱纯。赤芍、黄柏等药材由安徽省亳州市天桥药业有限公司提供,经赖小平教授鉴定为正品。

2 方法与结果

2.1 含量测定方法

2.1.1 色谱条件^[1] 芍药苷 Kromasil C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相甲醇-0.05 mol·L⁻¹磷酸二氢钾溶液 (40:60), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 进样量 10 μL; 检测波长 230 nm。

盐酸小檗碱 Kromasil C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.1% 磷酸溶液 (50:50) (每 100 mL 加十二烷基磺酸钠 0.1 g), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 进样量 10 μL; 检测波长 265 nm。

2.1.2 对照品溶液制备 芍药苷对照品溶液 精密称取芍药苷对照品适量, 加甲醇制成 1.129 2 g·L⁻¹ 的溶液, 即得。

盐酸小檗碱对照品溶液 精密称取盐酸小檗碱对照品适量, 加甲醇制成 0.274 6 g·L⁻¹ 的溶液, 即得。

2.1.3 线性考察 芍药苷 精密吸取芍药苷对照品溶液 0.50, 1.00, 2.00, 4.00, 5.00, 10.00 mL 至 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 按上述色谱条件进样 10 μL, 测定, 以平均峰面积为纵坐标, 进样量 (μg) 为横坐标作图, 得回归方程 $Y = 1\ 164.89X - 4.62$ ($r = 0.999\ 8$), 表明芍药苷进样量在 0.564 6 ~ 11.292 μg 与峰面积线性关系良好。

盐酸小檗碱 精密吸取盐酸小檗碱对照品溶液 0.50, 1.00, 2.00, 4.00, 5.00, 10.00 mL 至 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 按上述色谱条件进样 10 μL, 测定, 以平均峰面积为纵坐标, 进样量 (μg) 为横坐标作图, 得回归方程 $Y = 3\ 506.68X + 45.69$, $r = 0.999\ 9$ ($n = 6$), 表明盐酸小檗碱进样量在 0.137 3 ~ 2.746 μg 峰面积线性关系良好。

2.1.4 供试品及阴性样品制备及测定 供试品溶液制备 取供试品 (浓缩液 0.5 g、干燥粉 0.3 g), 精密称定, 精密加入 70% 乙醇 50 mL, 称定质量, 超声 30 min, 放冷, 称定质量, 用 70% 乙醇补足减失质量, 摇匀, 按上述色谱条件进样 10 μL, 测定。

缺赤芍阴性样品 取缺赤芍药材的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制备, 即得。

缺黄柏阴性样品 取缺黄柏药材的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制备, 即得。

按上述色谱条件进行测定, HPLC 图谱见图 1 ~ 2。供试品中盐酸小檗碱、芍药苷峰分离良好, 阴性无干扰。

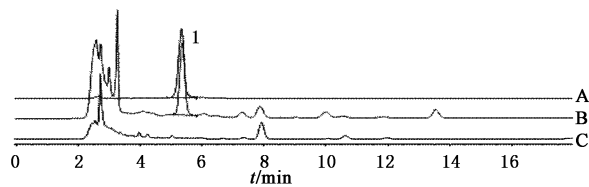


图 1 金芍胶囊中芍药苷 HPLC

A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性; 1. 芍药苷

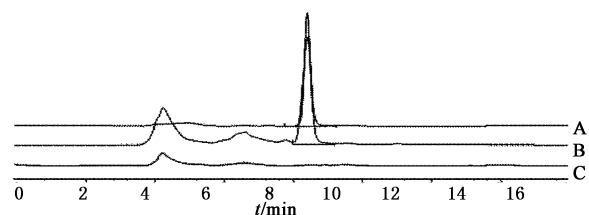


图 2 金芍胶囊中盐酸小檗碱 HPLC

A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性; 1. 盐酸小檗碱

2.2 金芍胶囊浸膏的制备 按处方比例取原药材, 共 25 kg。赤芍、川楝子等药材水煎煮提取 2 次, 每次 1 h、加水 8 倍量, 提取液滤过, 合并 2 次滤液, 浓缩成浓溶液 (相对密度 1.02, 50 ℃), 备用; 黄柏、延胡索、当归等药材 70% 乙醇回流提取 2 次, 每次 1 h、加水 6 倍量, 提取液滤过, 合并 2 次滤液, 回收乙醇, 浓缩成浓溶液 (相对密度 1.02, 50 ℃), 备用; 取水提与醇提浓溶液, 合并浓缩成浸膏 (相对密度 1.39, 55 ℃), 得 8.74 kg, 即得。

2.3 微波真空干燥工艺考察

2.3.1 上限设定温度的考察 取上述浸膏 1 000 g, 4 份, 分别进行微波真空干燥, 真空度 -0.095 MPa, 功率 0.9 kW, 频率为 2 450 MHz, 设定上限温度分别为 70, 80, 90, 100 ℃。干燥浸膏冷却至室温后粉碎, 称重, 测定含水量及盐酸小檗碱、芍药苷保留率, 结果见表 2。

表 2 癌痛消颗粒成型工艺不同上限温度考察

上限温度 / ℃	干燥时间 / min	盐酸小檗碱 保留率 / %	芍药苷 保留率 / %	含水量 / %
70	100	98.9	99.2	8.41
80	60	98.4	97.8	6.58
90	45	96.7	94.3	4.16
100	40	92.6	88.5	2.45

干燥过程上限温度是设备自动运行控制的主要

参数,上限温度越高,干燥速度越快,浸膏含水量越低,成分保留率有所降低。上限温度设定过低,则设备微波启动-暂停过于频繁,干燥时间长。综合考虑,最佳干燥上限温度为 90 ℃。

2.3.2 物料与微波功率比考察 分别按不同的物料与微波功率比加入浸膏(相对密度 1.39,55 ℃),在真空度 -0.095 MPa,功率 0.9 kW,上限温度分别为 90 ℃条件下进行微波真空干燥。干燥浸膏冷却至室温后粉碎,称重,测定含水量及盐酸小檗碱、芍药苷保留率。结果见表 4。

表 3 物料与微波功率比考察

物料与微波功率比 /kg·kW ⁻¹	加料量 /kg	干燥时间 /min	盐酸小檗碱保留率 /%	芍药苷保留率 /%	含水量 /%
1.0	0.9	35	96.25	95.32	6.07
1.2	1.08	40	95.16	94.49	6.54
1.4	1.26	45	94.34	94.04	6.31
1.6	1.44	65	93.81	93.17	6.46

由试验结果可知,在 1.0 ~ 1.6 kg·kW⁻¹微波功率处理量下,芍药苷和盐酸小檗碱保留率均在 90% 以上,因此,微波干燥工艺对浸膏中的成分保留率比较高,且干燥粉基本无损失。考虑到生产处理量的因素,1.0,1.6 kg·kW⁻¹的干燥效率较低,综合考虑最佳物料与微波功率比为 1.2 ~ 1.4 kg·kW⁻¹。

3 讨论

本文还采用了喷雾干燥工艺进行了实验,由于物料黏性较大,在喷雾过程中黏壁现象较严重,需加入较多辅料工艺才可顺利进行,加大了服用量,不适用于本品种的生产。

微波真空干燥是微波能技术与真空技术相结合的一种新型干燥技术^[2]。从文献[3-5]可知,微波干燥技术具有干燥温度低,速度快,过程操作控制简单等优点,试验结果表明,微波干燥技术能缩短生产工艺周期(省时),且高效节能,不影响产品质量,因此,微波真空干燥适用于金芍胶囊的工业生产。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S]. 2005:109,214.
- [2] 王志祥.制药化工原理[M].北京:化学工业出版社,2005:319.
- [3] 闫泽华,张仲欣.中药材干燥的现状与发展趋势[J].农产品加工学刊,2008(2):62,67.
- [4] 王珂,雷国莲,王西芳,等.微波干燥应用在香菊胶囊生产中的可行性研究[J].现代中医药,2008,28(2):63.
- [5] 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:医学版,2005,24(2):31.

[责任编辑 全燕]