

# 不同粒径黄连粉体的吸湿性实验研究

丁志平, 乔延江

(北京中医药大学中药学院, 北京 100102)

**摘要:**目的: 考察不同粒径黄连粉体吸湿性变化情况。方法: 采用 25℃, 相对湿度为 75% 条件下测定黄连常规粉体、超微粉体和纳米粉体的吸湿速率与吸湿百分率, 并根据 25℃ 不同湿度条件下的吸湿平衡曲线测定其临界相对湿度。结果: 黄连纳米粉体与超微粉体吸湿速率与吸湿百分率均高于黄连常规粉体, 其中黄连纳米粉体表现得更加明显。黄连常规粉体、超微粉体和纳米粉体的临界相对湿度分别为 72.3%、72.0% 和 71.4%。结论: 黄连常规粉体经超微化和纳米化后可引起其吸湿性改变。

**关键词:** 黄连; 纳米粉体; 吸湿性; 临界相对湿度

中图分类号: R283 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)03-0005-03

## Study on Hygroscopicity of Different Particle Size of Rhizoma Coptidis

DING Zhi-ping, QIAO Yan-jiang

(The College of Traditional Chinese Pharmacy, Beijing University of Traditional Chinese Medicine, Beijing 100102, China)

**Abstract:** Objective To observe the humidity absorption of different particle size of Rhizoma Coptidis. Methods The humidity absorption rate and the humidity absorption percent in normal powder, ultra-micro powder and nanometer dimension powder were determined on condition of 25℃ and 75% humidity absorption. Then its critical relative humidity can be determined by the balance curve of humidity absorption during the different humidity condition at 25℃. Results The humidity absorption rate and the humidity absorption percent in ultra-micro powder and nanometer dimension powder are higher than that in the normal powder. The critical relative humidity in normal powder, ultra-micro powder and nanometer dimension powder are 72.3%, 72.0% and 71.4% respectively. Conclusion The humidity absorption was changed with its particle size.

**Key words:** Rhizoma Coptidis; nanometer dimension powder; Humidity absorption; critical relative humidity

黄连始载于《神农本草经》。临床应用非常广泛。为了提高其疗效, 我们采用超音速气流粉碎法和高速离心气流粉碎法将其粉碎成超微粉体和纳米级粉体。一般药材粉体都具有一定的吸湿性, 如果贮存不当就会吸湿结块甚至发生霉变, 严重影响产品的质量和贮存期。粒径的变化会导致粉体表面积的改变, 因而可能引起其吸湿性的改变。为了探讨超微化和纳米化对黄连粉体吸湿性的影响, 我们对黄连常规粉体、超微粉体和纳米级粉体的吸湿性进行了比较研究。

## 1 材料

黄连购自湖南振兴中药饮片实业有限公司, 经

湖南省中医药研究院中药所中药室鉴定为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch 的干燥根茎<sup>[1]</sup>。

取一定量的黄连原料用 FFC-230 粉碎机粉碎, 过 100 目筛得到黄连的常规粉体样品。取部分黄连常规粉体用 TC-10 超音速气流粉碎分级机粉碎, 得到黄连的超微粉体样品。再取部分黄连常规粉体用高速离心气流冲击粉碎机粉碎, 经离心式空气分级机分级, 得到黄连的纳米粉体样品。经北京理化测试中心测定黄连常规粉体、超微粉体和纳米粉体的粒径  $D_{50}$  分别为 83.52 $\mu$ m、3.23 $\mu$ m、480.2nm,  $D_{90}$  分别为 128.02 $\mu$ m、4.11 $\mu$ m、636.2nm。试验前 60℃ 减压干燥至恒重。

## 2 仪器与试剂

**2.1 仪器** DZF-150 型数显小型恒温真空干燥箱 (郑州长城科工贸有限公司), 202A-0 台式电热干燥

箱(天津泰斯特仪器有限公司), BP110 S 电子天平仪(Made by Sartorius), LRH-250Z 振荡恒温培养箱(广州医疗器械厂)。

**2.2 试药** 氯化镁、氯化钠、氯化钾、乙酸钾、碳酸钾、硝酸钾、溴化钠和硝酸锂均为分析纯(北京化学二厂)。

### 3 方法与结果

**3.1 不同粒径黄连粉体吸湿速率与吸湿百分率的测定** 将底部盛有氯化钠过饱和溶液的玻璃干燥器放入恒温培养箱中 25℃ 恒温 24h, 此时干燥器内的相对湿度为 75%。在已恒重的扁称量瓶底部放入

厚约 3mm 已干燥恒重的不同粒径的黄连粉体, 准确称重后置于放有氯化钠过饱和溶液的干燥器中(将称量瓶盖揭开), 于恒温培养箱中 25℃ 保存, 定时称量, 直至吸湿平衡为止。按下式计算吸湿百分率<sup>[2,3]</sup>。

吸湿百分率(%) = (吸湿后重量 - 吸湿前重量) / 吸湿前重量 × 100%。

以相对湿度 75% 吸湿平衡时的吸湿百分率表示黄连粉体的吸湿性。每种粉体平行做 3 份。结果见表 1。

表 1 不同粒径黄连粉体吸湿速度变化情况(T= 25℃, RH= 75%, n= 3)

| 粉体类别   | 时间(h) |      |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|        | 4     | 8    | 16    | 24    | 48    | 72    | 96    | 120   | 144   | 168   |
| 黄连常规粉体 | 4.44  | 5.80 | 7.49  | 8.45  | 9.48  | 10.15 | 10.52 | 10.77 | 11.06 | 11.10 |
| 黄连超微粉体 | 5.28  | 7.33 | 9.43  | 10.45 | 11.64 | 12.01 | 12.07 | 12.13 | 12.10 | 12.11 |
| 黄连纳米粉体 | 6.09  | 8.95 | 11.21 | 12.46 | 13.07 | 13.32 | 12.38 | 13.35 | 13.36 | 13.38 |

以表 1 数据吸湿百分率为纵座标, 时间为横座标作图, 结果见图 1。

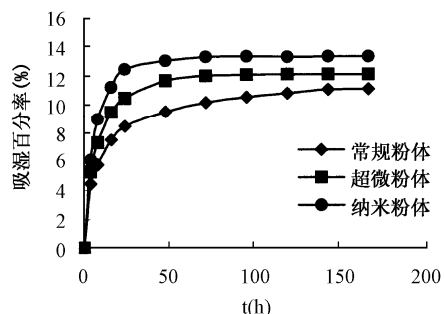


图 1 不同粒径黄连粉体吸湿速度图  
(T= 25℃, RH= 75%)

表 2 不同盐的饱和水溶液在 25℃ 时的相对湿度

| 饱和溶液   | CH <sub>3</sub> COOK | MgCl <sub>2</sub> | K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> | LiNO <sub>3</sub> | NaBr | NaCl  | KCl   | KNO <sub>3</sub> |
|--------|----------------------|-------------------|--------------------------------|-------------------|------|-------|-------|------------------|
| 相对湿度 % | 22.45                | 33.00             | 42.76                          | 47.05             | 57.7 | 75.28 | 84.26 | 92.48            |

**3.2 相对临界湿度的测定** 按前述方法方将减压干燥至恒重的黄连常规粉体、超微粉体和纳米粉体放入已干燥至恒重的扁称瓶内(约 3mm 厚的颗粒)。准确称量, 然后置于分别盛有表 2 所列 8 种不同盐过饱和溶液的干燥器中, 于恒温培养箱中 25℃ 保存 7d, 定时称量, 计算吸湿百分率, 结果见表 3。

以吸湿百分率为纵座标, 相对湿度(RH%) 为横座标作图, 得图 2、图 3、图 4 和图 5。分别在图 3、图 4 和图 5 的曲线两端做切线, 两切线交点的横座标

即为临界相对湿度(CRN)。黄连常规粉体、超微粉体和纳米粉体的临界相对湿度分别为 72.3%、72.0% 和 71.2%。

表 3 不同粒径黄连粒体在不同湿度下的吸湿百分率(25℃)

| 粉体类别   | 相对湿度(%) |       |       |       |       |       |       |       |
|--------|---------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|        | 22.45   | 33.00 | 42.76 | 47.05 | 57.70 | 75.28 | 84.26 | 92.48 |
| 黄连常规粉体 | 2.61    | 3.65  | 4.51  | 5.13  | 6.25  | 11.10 | 13.91 | 18.46 |
| 黄连超微粉体 | 2.78    | 3.89  | 4.98  | 5.78  | 7.03  | 12.11 | 16.52 | 21.82 |
| 黄连纳米粉体 | 2.98    | 4.20  | 5.46  | 6.32  | 7.69  | 13.38 | 18.92 | 25.33 |

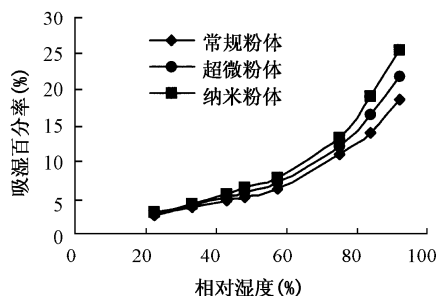


图 2 不同粒径黄连粉体的吸湿平衡曲线(25℃)

### 4 讨论

由表 1 和图 1 可知, 黄连超微粉体和纳米粉体的吸湿速度大于常规粉体, 而纳米粉体表现更为明显。在温度 25℃ 相对湿度 75% 下, 黄连纳米粉体 24h 接近吸湿平衡, 72h 达到吸湿平衡; 超微粉体 48h 接近吸湿平衡, 120h 达到吸湿平衡; 黄连常规粉体 96h 接近吸湿平衡, 168h 达到吸湿平衡。这可能是

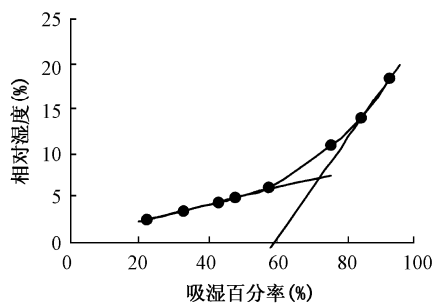


图 3 黄连常规粉体的吸湿平衡曲线(25℃)

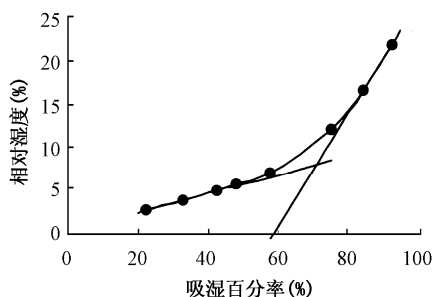


图 4 黄连常超微体的吸湿平衡曲线(25℃)

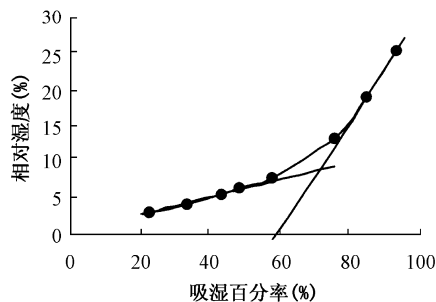


图 5 黄连纳米粉体的吸湿平衡曲线(25℃)

因为随着黄连粉颗粒的超微化和纳米化,粒度变小,比表面积增大,增大了与环境中水分子的有效接触面积,加快了吸湿速度。因此,对于黄连超微粉体和纳米粉体而言,在制剂过程中,要求在环境中的暴露时间不能太长,最好在4h以内。

由表 2 可知在温度 25℃相对湿度 75% 时,黄连超微粉体和纳米粉体的吸湿量分别比常规粉体增加 9.1% 和 20.5%,表明超微粉体和纳米粉体的吸湿性比常规粉体强。

药物吸湿变化与其在恒温下临界相对湿度 (Critical Relative Humidity, CRH) 的大小有关。临界相对湿度是指引起平衡吸湿量发生突变时的相对湿度,亦即吸湿平衡曲线开始急剧吸湿的那一点所对应的相对湿度,当环境相对湿度大于临界相对湿度时,药物吸湿迅速增加,故测定 CRH 对药物稳定性研究十分重要<sup>[4]</sup>。由表 3,图 2~ 图 5 可知,黄连常规粉体、超微粉体和纳米粉体的临界相对湿度分别为 72.3%、72.0% 和 71.2%,差异很小。表明环境湿度达到 71% 以上时,三种粉体的吸湿量均会迅速增加。实验中发现,在相对湿度为 75.28%、84.26%、92.48% 环境下,黄连常规粉体、超微粉体和纳米粉体均出现严重的结块现象。要保持粉体稳定,要求粉体在制备、分装过程中应严格控制车间的相对湿度,使之不能大于 70%。

#### 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: 化学工业出版社, 2000. 250~ 251.
- [2] 李小燕. 清瘟败毒胶囊的吸湿性研究及数据分析[J]. 时珍国医国药, 2002, 13(8): 459~ 462.
- [3] 李铜铃, 贾玉蓉, 魏波. 不同辅料对中药冲剂吸湿性的影响[J]. 华西药学杂志, 1993, 8(2): 80~ 83.
- [4] 曹春林, 施顺清, 范碧亭, 等. 中药药剂学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1986. 493.