



中药饮片干燥方法及质量预估的研究

赵丽娟, 李建国, 潘永康
(天津科技大学机械工程学院, 天津 300222)

摘要: 研究了黄柏、甘草切片在振动流化床中的干燥,并与红外干燥作了对比。从实验结果可知,饮片在振动流化床中的干燥时间比红外干燥缩短了近95%。在一级反应动力学的基础上分析了干燥过程中有效成分的降解情况,结果表明,利用振动流化床干燥中药饮片,有效成分的损失量及能量消耗均比红外干燥少。

关键词: 中药饮片; 振动流化床; 干燥

中图分类号: TQ028.6

文献标志码: A

文章编号: 1672-6510(2010)03-0050-04

Drying Methods and Quality Pre-estimate of Chinese Traditional Medicine Slices

ZHAO Li-juan, LI Jian-guo, PAN Yong-kang

(College of Mechanical Engineering, Tianjin University of Science & Technology, Tianjin 300222, China)

Abstract: Amboyna and liquorice slice were dried in a vibrated fluidized bed. The results were compared with the ones from infrared drying. It was observed that the drying time in the vibrated fluidized bed drying is shortened 95% than in infrared drying. The degradation of the valuable component was analyzed on the basis of the first order degradation reaction dynamics. All the results indicate that the degradation of the valuable component and energy consumption in the vibrated fluidized bed drying are less than that in infrared drying.

Keywords: Chinese traditional medicine slices; vibrated fluidized bed; drying

新鲜中药材采收后需经清理、切断(称中药饮片)及干燥后方可贮存及应用。大多数中药材都是热敏性物料。在干燥过程中,中药材的温度越高,干燥时间越长,其有效成分损失就越多^[1-3]。目前我国常用的中药饮片干燥方法有:厢式干燥(或薄层干燥)、带式干燥、远红外干燥等,干燥时间通常需要几个小时,甚至达十几个小时^[4-6]。这些干燥方法均为静态干燥,物料在干燥过程中基本是静止不动的,干燥时间较长,能耗较大,药材中的有效成分损失量较大。然而,采用变温动态干燥,可有效缩短干燥时间,并能最大程度地保留药材中的有效成分。变温动态干燥即在干燥过程中通过改变干燥介质的温度,使物料始终保持在其耐热温度下进行干燥,并使物料不断运动以增大干燥过程的传热传质速率,从而缩短干燥时间。对大多数的中药饮片而言,采用变温干燥只需0.5 h左右即可达

到要求的最终含水率。实现变温动态干燥最有效的方法,即采用振动流化床干燥器。

振动流化床是一种改型流化床,就是将机械振动施加于流化床上,通过调整振动参数,可以改善普通流化床操作时所出现的沟流、死区、夹带、返混、团聚和结块等不良现象。目前振动流化床已普遍应用于化工、食品、医药等行业^[1,4]。本文研究了黄柏和甘草在振动流化床中的干燥特性,并与静态的远红外干燥产品进行了比较,依据一级降解反应动力学,预测了产品中有效成分的保留率。

1 实验

1.1 物料

选取两种常用中药材作为实验物料,分别为黄柏

和甘草切片。

黄柏,为芸香科植物黄皮树或黄檗的干燥树皮,前者习称“川黄柏”,后者习称“关黄柏”。具有清热燥湿、泻火除蒸、解毒疗疮的功效。黄柏主要含有巴马汀和小檗碱等化学成分,为常用中药。在本实验中,选取新鲜的关黄柏作为实验物料,其外表面呈黄绿色或淡棕黄色,较平坦,有不规则的纵裂纹,厚2~4 mm,长25 mm,宽13 mm,初始湿基含水量在0.2%~0.35%,要求产干燥后产品的湿基含水量在0.1%左右。实验中以黄柏中的盐酸小檗碱含量作为质量指标评价干燥过程的合量性。采用高效液相色谱法,对黄柏中的盐酸小檗碱含量进行测定,在本实验物料中,盐酸小檗碱的初始平均含量为1.97%。

甘草,为豆科多年生草本植物。根呈圆柱形,长25~100 cm,直径6~35 mm。甘草性平,味甘,归十二经。在中医上,甘草补脾益气,滋咳润肺,缓急解毒,调和百药。甘草主要含有甘草甜素、甘草酸及甘草次酸等有效化学成分。在本实验中,选取新鲜的甘草作为实验物料,甘草表面呈红棕色或灰棕色,具显著的纵沟纹、皮孔及稀疏的细根痕。切片厚度为3 mm左右。初始湿基含水量为0.2%~0.5%,要求干燥后产品的湿基含水量在0.1%左右。实验中以甘草中的甘草酸含量作为质量指标评价干燥过程的合量性。采用高效液相色谱法对甘草中甘草酸含量进行测定。在本实验物料中,甘草酸的初始平均含量为2.24%。

1.2 实验设备

上述两种中药切片分别在振动流化床与远红外干燥器中进行干燥,同时测定干燥前后药材中有效成分的含量。图1为振动流化床干燥系统。

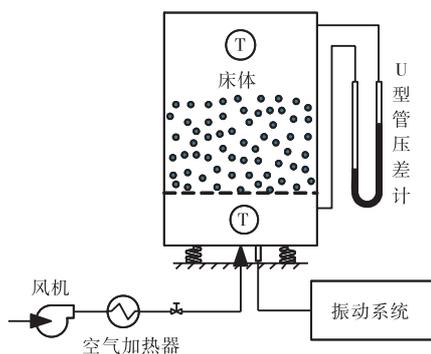


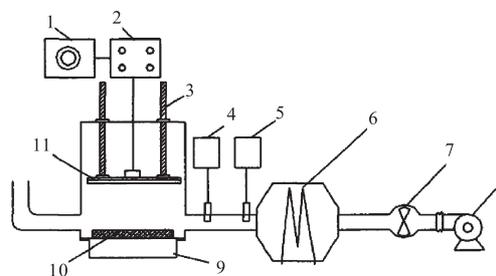
图1 振动流化床实验装置

Fig.1 Schematic of vibrated fluidized bed

环境中的空气由引风机送入空气加热器中进行电加热,加热后的空气通入流化床底部的风室,热空气自下而上穿过分布筛板进入物料层,对湿物料进行干燥。在本实验中,振动流化床的振幅均取 $A = 3 \text{ mm}$,

振动频率 $f = 60 \text{ Hz}$,物料在流化床中的初始高度 $H_0 = 100 \text{ mm}$ 。在干燥过程中每隔2 min取少许物料用数字点温计测定物料的温度,同时通过调整进入流化床的气体温度使物料不超过其耐热温度。

图2为远红外干燥实验装置。主要由干燥室、辐射器、电加热管、节流阀及控制系统等组成。



1.电源; 2.调压器; 3.升降螺杆; 4.风速仪; 5.温控器; 6.加热器; 7.节流阀; 8.风机; 9.物料盒; 10.物料; 11.红外辐射板

图2 红外干燥实验装置

Fig.2 Schematic of infrared drying equipment

1.3 仪器与试剂

DG/20-022 台式干燥箱;SDW-F 数字点温仪; Waters 1525 系列高效液相色谱仪; Waters 2996 DAD 检测器; EMpower 色谱工作站; KQ-5200 型超声波清洗器(40 kHz, 200 W); AB135-S 电子分析天平。

盐酸小檗碱、甘草酸铵对照品购自中国药品生物制品检定所;乙腈、甲醇(色谱纯),双蒸水,其他试剂均为分析纯。

2 降解反应动力学

中药饮片在热力干燥时的药性损失与生物物料在热力干燥时的营养损失及微生物失活一样,均服从反应动力学关系。在工程上普遍应用的是一级反应动力学方程:

$$-\frac{dC}{d\tau} = -kC \quad (1)$$

式中: C 为反应组分浓度; τ 为反应时间; k 为反应速度常数,通常为温度的函数。

若初始时,反应物浓度为 C_0 ,时间为 τ 时反应物浓度为 C ,则对式(1)积分为

$$\int_{C_0}^C \frac{dC}{C} = -k \int_0^{\tau} d\tau \quad (2)$$

$$\lg C = \lg C_0 - \frac{k\tau}{2.303} \quad (3)$$

此方程在 $\lg C - \tau$ 坐标上作图可得一直线,此图称为微生物的一级杀菌图,见图3。从图中可知:改变一个对数周期,即微生物活菌数减少90%,剩下10%时,所对

应的时间是相同的,此时间称为十余一时间,记为 D , 并可得:

$$D = \frac{2.303}{k} \quad (4)$$

$$\lg C = \lg C_0 - \frac{\tau}{D} \quad (5)$$

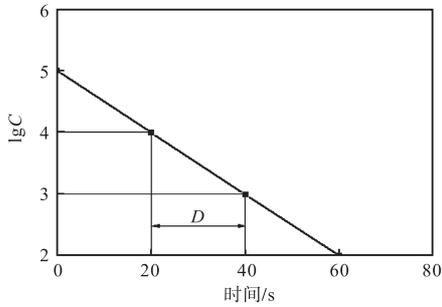


图3 微生物的一级杀菌图

Fig.3 First order sterilization diagram of microorganism

3 结果与讨论

黄柏的耐热温度为 $86\text{ }^\circ\text{C}$,即在干燥过程中只要物料的温度不超过 $86\text{ }^\circ\text{C}$,其有效成分的降解速率一直处于一个较低的水平.采用红外干燥的方法处理黄柏切片,在干燥过程中物料的温度保持在 $80\text{ }^\circ\text{C}$,物料的初始湿基含水量为 0.254% ,干燥后产品的湿基含水量为 0.106% ,干燥时间为 115 min ,用高效液相色谱法测得干燥过程中盐酸小檗碱损失了 17.8% ,有效成分保留率为 82.2% .图4为黄柏切片在振动流化床中的干燥曲线.

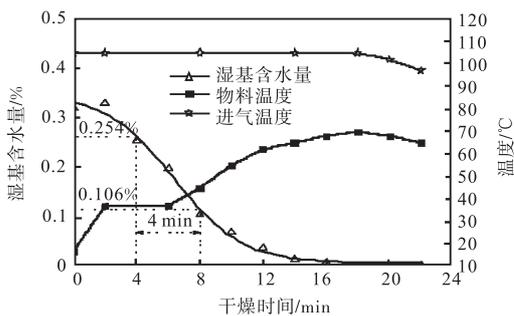


图4 黄柏在振动流化床中的干燥曲线

Fig.4 Drying curve of amboyna slice in the vibrated fluidized bed

从图4可知:在相同条件下振动流化床的干燥时间为 4 min ,而红外干燥的干燥时间为 115 min .设下标1为振动流化床干燥,下标2为红外干燥,并可设其有效成分在开始是相同的,而十余一时间 D 也相同.假设 $D = 2\ 000\text{ min}$.

振动流化床干燥的物料受热时间 $\tau_1 = 4\text{ min}$,其对应有效成分为 C_1 ,红外干燥物料受热时间 $\tau_2 = 115\text{ min}$,其对应有效成分为 C_2 , $C_2 = 1 - 17.8\% = 82.2\%$,则由

$$\lg C_1 = \lg C_0 - \frac{\tau_1}{D}$$

$$\lg C_2 = \lg C_0 - \frac{\tau_2}{D}$$

两式相减得:

$$\lg C_1 - \lg C_2 = -\frac{\tau_1}{D} + \frac{\tau_2}{D}$$

$$\lg \frac{C_1}{C_2} = \frac{\tau_2 - \tau_1}{D} = \frac{115 - 4}{2\ 000} = 0.0555$$

$$\frac{C_1}{C_2} = 10^{0.0555} = 1.136$$

$$C_1 = C_2 \times 10^{0.0555} = 82.2 \times 1.136 = 93.4$$

即当物料在振动流化床中干燥时,湿基含水量由 0.254% 下降到 0.106% ,只需 4 min ,由红外干燥的结果可推算出振动流化床干燥产品中有效成分保留率为 93.4% .实际测得在上述干燥操作条件下,振动流化床干燥的物料湿基含水量由 0.32% 下降到 0.005% ,需时 22 min ,营养成分的保留率为 86.7% ,均高于远红外干燥.

以上算例中的热降解动力学参数 D 是假设的,需由实验确定,但这种数据非常少见,而黄柏的有关数据也未见到.

图5为甘草在振动流床中的干燥曲线.其红外干燥的有关参数如下:

物料温度 $78\text{ }^\circ\text{C}$;初始湿基含水量 0.194% ;最终湿基含水量 0.074% ;干燥时间 105 min ;指示成分为浸出物;成分损失 12.33% ;物料耐热温度 $78\text{ }^\circ\text{C}$.

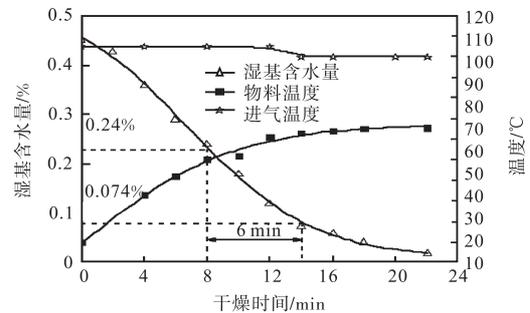


图5 甘草在振动流化床中的干燥曲线

Fig.5 Drying curve of liquorice slice in the vibrated fluidized bed

从图5可知:物料湿基含水量由 0.45% 下降到 0.019% ,振动流化床的干燥时间为 22 min ,有效成分

保留率为 88.3%;而物料湿基含水量由 0.24%下降到 0.074%,振动流化床的干燥时间为 6 min,由于干燥过程中取样困难,没有测出此时的有效成分保留率,但根据经验,由于物料受热时间短,故此有效成分的保留率要高于 88.3%。采用红外干燥时,物料湿基含水量由 0.24%下降到 0.074%,干燥时间为 120 min,有效成分保留率为 82.1%。

4 结 论

利用振动流化床干燥器干燥中药饮片,可根据物料的耐热温度来调节干燥介质的温度,使物料始终在耐热温度以下进行干燥;另外,由于振动流化床是动态干燥器,物料与介质接触充分,干燥速率大,从而可以大大缩短干燥时间,使中药材中的有效成分保留率提高。

(上接第 46 页)

亚甲基双(4-甲基-6-叔丁基苯酚)、香紫苏醇;综合考虑苯甲酸苄酯和 2,2'-亚甲基双(4-甲基-6-叔丁基苯酚)的相对含量可以将山东蜂胶从 7 种蜂胶中区分出来;综合考虑大黄素和大黄素甲醚的相对含量可以将新疆蜂胶从 7 种蜂胶中区分出来。

参考文献:

- [1] 符军放,曹炜,索志荣,等. 高效液相色谱法识别蜂胶特征组分及定量对比[J]. 西北大学学报:自然科学版, 2006,36(4):587-591.
- [2] 吴平谷,叶立杨. 蜂胶有效成分的分离与鉴定[J]. 卫生研究,2000,29(2):123-124.
- [3] Volpi N, Bergonzini G. Analysis of flavonoids from propolis by on-line HPLC-electrospray mass spectrometry[J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2006,42(3):354-361.

参考文献:

- [1] 潘永康,王喜忠. 现代干燥技术[M]. 化学工业出版社,1998.
- [2] 翟胜利. 保证饮片质量必须重视产地加工[J]. 中国医药学报,1999,14(3):65-66.
- [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):62-64,67.
- [4] 任迪峰,毛志怀. 我国中草药干燥的现状与发展趋势[J]. 农业工程学报,2001,17(2):5-8.
- [5] Hashimoto A, Kameoka J. Effect of infrared irradiation on drying characteristics of wetporous materials[J]. Drying Technology, 1999,17(7):1613-1626.
- [6] Hashimoto A, Igarashi H. Far-infrared irradiation effect on pasteurization of bacteria on or with wet-solid medium[J]. Journal of Chemical Engineering of Japan, 1992,25(6):666-671.
- [4] Zhou J H, Li Y, Zhao J, et al. Geographical traceability of propolis by high-performance liquid-chromatography fingerprints [J]. Food Chemistry, 2008, 108(2): 749-759.
- [5] 赵淑云,马海燕,朱美玲,等. 不同产地蜂胶超临界 CO₂ 萃取物 8 种黄酮比较研究 [J]. 中国蜂业, 2006, 57(11):8-10.
- [6] 《蜂产品标准汇编》编委会. 蜂产品标准汇编[M]. 北京:中国标准出版社,2003.
- [7] 盛文胜,余兰平,李树岚,等. 超临界 CO₂ 萃取蜂胶气相色谱/质谱法分析研究[J]. 中国蜂业, 2006, 57(8): 5-7.