

鹿茸极薄片新型常温干燥工艺分析

温锦青¹, 黄玉梅², 麦敏芯², 高明^{1*}, 陈康¹, 叶志龙², 蒋丽芸¹
(1. 广州中医药大学, 广州 510006; 2. 广州市药材公司中药饮片厂, 广州 510360)

〔摘要〕 目的:优选鹿茸岭南特色饮片(极薄片)新型常温干燥法的工艺条件,并对其干燥成品进行质量分析。方法:采用紫外分光光度法测定总游离氨基酸含量,检测波长 567 nm。以性状外观、醇溶性浸出物及总游离氨基酸含量的综合评分为指标,通过正交试验考察干燥温度、干燥时间及物料密度对鹿茸极薄片干燥工艺的影响,并与米藏干燥法进行比较。结果:最佳新型常温干燥工艺为 35 ℃干燥 4 h,物料密度 9 g。该工艺与传统干燥工艺相比更简便、能耗更低、干燥速率更高,醇溶性浸出物和总游离氨基酸质量分数分别为 9.50%,1.16%。结论:新型常温干燥法高效节能、便利可行,可作为鹿茸极薄片较为理想的干燥方法。

〔关键词〕 鹿茸;干燥工艺;氨基酸;醇溶性浸出物
〔中图分类号〕 R283.3;R284.1;R943.1 〔文献标识码〕 A 〔文章编号〕 1005-9903(2015)11-0036-03
〔doi〕 10.13422/j.cnki.syfjx.2015110036
〔网络出版地址〕 <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20150414.1121.004.html>
〔网络出版时间〕 2015-04-14 11:21

New Normal Temperature Drying Process of Cervi Cornu Pantotrichum with Lingnan Characteristic
WEN Jin-qing¹, HUANG Yu-mei², MAI Min-xin², GAO Ming^{1*}, CHEN Kang¹, YE Zhi-long², JIANG Li-yun¹
(1. Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510006, China; 2. Decoction Pieces Plant of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou Medicinal Materials Company, Guangzhou 510360, China)

〔Abstract〕 **Objective:** To introduce a new room temperature drying process with separator feature, optimize this drying process of Cervi Cornu Pantotrichum with Lingnan characteristic and analyze quality of its dried products. **Method:** UV spectrophotometry was employed to determine the content of total free amino acids with detection wavelength at 567 nm. With composite score of appearance, contents of alcohol-soluble extract and total free amino acids as index, orthogonal test was adopted to optimize drying process by taking material density, drying temperature and time as factors. **Result:** Optimal process conditions was as following: dried 4 h at 35 ℃ when material density of 9 g. Contents of alcohol-soluble extract and total free amino acids were 9.50% and 1.16%, respectively. **Conclusion:** This new normal temperature drying process is energy-efficient, convenient and feasible.

〔Key words〕 Cervi Cornu Pantotrichum; drying process; amino acids; alcohol-soluble extract

鹿茸具有壮肾阳、益精血、强筋骨、调冲任、托疮毒的功效,是中医治病保健的常用补益药材^[1]。鹿茸岭南特色炮制主要以“酒润和反复的蒸、扎”为特点,是岭南地区蒸制技术的一大特色,历史较为悠久,现已被纳入岭南中药文化遗产保护名录,并被收录于 2011 年版《广东省中药饮片炮制规范》第二册“鹿茸片(薄片)”项下^[2-3]。为突出其厚度 0.06~0.14 mm 极薄片的特点和优势,本文称之为鹿茸极薄片。

鹿茸极薄片富含氨基酸、蛋白质等热敏成分,在 >50 ℃干燥时易产生翘片,甚至焦化,产生刺激性气味,因此必须在常温下干燥。但现有的传统干燥方法和热风循环干燥方法(实际生产中温度难控

〔收稿日期〕 20140901(015)
〔基金项目〕 广州市荔湾区科技计划项目(20122214066)
〔第一作者〕 温锦青,在读硕士,从事中药品种鉴定与质量评价研究,Tel:15017592831,E-mail:185191351@qq.com
〔通讯作者〕 *高明,副教授,从事中药品种鉴定与质量评价研究,Tel:13808876741,E-mail:906853811@qq.com

制,温度高易翘片,温度低则干燥效率慢)在常温下干燥效率较低,不利于该特色饮片的大规模生产。本实验引入具有汽水分离功能的新型常温干燥法处理鹿茸极薄片,通过正交试验优选干燥工艺条件,为该饮片的工业化生产提供参考。

1 材料

DV2 型冲压离心除湿器和 DV2 型智能型双门厢式常温干燥机(广州东太制药设备有限公司),UV-1750 型紫外-可见分光光度计(日本岛津公司),DT5-2B 型低速台式平衡离心机(北京时代北利离心机有限公司),pH B-3 型笔式 pH 计(上海三信仪表厂)。鹿茸饮片由广州市药材公司中药饮片厂提供,经广州中医药大学高明副教授鉴定为鹿科动物马鹿 *Cervus elaphus* 的雄鹿未骨化密生茸毛的幼角,按岭南特色炮制方法加工而成,样品标本存放在广州市药材公司中药饮片厂留样室;甘氨酸对照品(中国食品药品检定研究院,批号 140689-201103),茚三酮、磺基水杨酸(天津市大茂化学试剂厂),试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 醇溶性浸出物含量的测定 依据 2010 年版《中国药典》附录 X A 醇溶性浸出物测定法中的热浸法测定,乙醇体积分数 70%。

2.2 总游离氨基酸的含量测定

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取甘氨酸对照品 10.42 mg 至 100 mL 量瓶中,加 1% 磺基水杨酸溶液(pH 7,下同)稀释至刻度,摇匀,精密量取 10 mL 至 25 mL 量瓶中,加 1% 磺基水杨酸溶液定容至刻度,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 精密称取鹿茸饮片约 0.5 g,加水 40 mL,100 ℃加热回流 1 h,过滤,重复 1 次,用水 20 mL 分 4 次洗涤容器和滤纸,合并滤液,放冷,加水定容至 100 mL,得提取液;精密吸取提取液 50 mL,加 4% 磺基水杨酸至 100 mL,混匀,4 ℃放置 2 h,4 000 r·min⁻¹离心 20 min,取上清液 50 mL,用 15% 氢氧化钠和 pH 6 柠檬酸钠缓冲液调节 pH 7,加水定容至 100 mL,即得。

2.2.3 检测波长的选择 分别精密吸取对照品溶液 2 mL 和供试品溶液 4 mL,分别置于 20 mL 刻度试管中,精密加入 pH 6 柠檬酸钠缓冲液和 2% 茚三酮溶液各 2.0 mL,摇匀,置沸水浴中加热 50 min,取出放冷,加水定容至刻度,以相应溶剂为空白,按 2010 年版《中国药典》附录 VA 紫外-可见分光光度法在 400 ~ 750 nm 进行扫描,结果对照品溶液和供

试品溶液均在 566 ~ 568 nm 有最大吸收,故选择检测波长 567 nm。

2.2.4 标准曲线绘制 精密吸取对照品溶液 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 mL,分别按 2.2.3 项下方法操作,得回归方程 $Y = 132.53X - 0.0469$ ($r = 0.9993$),线性范围 1.042 ~ 5.210 mg·L⁻¹。

2.2.5 精密度、重复性、稳定性试验 取供试品溶液于 567 nm 处连续重复测定吸光度 6 次,计算 RSD 0.02%,表明仪器精密度良好。取同一份样品粉末,重复 6 份,计算甘氨酸含量的 RSD 0.6%,表明该方法重复性良好。取同一供试品溶液,每隔 10 min 测定 1 次,共 6 次,计算吸光度 RSD 1.2%,表明供试品溶液在 1 h 内稳定。

2.2.6 加样回收率试验 精密称取同一样品粉末 0.25 g,共 5 份,分别置于 100 mL 锥形瓶中,各加入 0.2 g·L⁻¹甘氨酸对照品溶液 15 mL,按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液,精密吸取 4.0 mL,按 2.2.3 项下方法操作,计算平均回收率 104.30%,RSD 1.2%。

2.3 鹿茸极薄片干燥工艺优选

2.3.1 米藏干燥法 将刨后的鹿茸极薄片及时用吸水纸压平(因片型薄,在常温空气中易翘片),将鹿茸极薄片逐页扫在准备好的方纸上,4 ~ 5 张方纸为一层放置在厚度约 5 cm 经炒制摊凉的米上,在饮片面加上纱纸覆盖,纸面再放置炒米,如此类推,至容器放满为止,藏置 2 d 后取出。

2.3.2 正交试验设计 根据传统经验和单因素试验显示鹿茸极薄片干燥温度 40 ℃,干燥时间 5 h,物料密度(按每本吸水簿中每页鹿茸极薄片的质量。吸水簿为 A3 纸大小,约 30 页)6 g 较为合适。选择温度、时间及物料密度为考察因素,将刨后的鹿茸极薄片混匀,分成 9 批,按 3 g × 10 层 × 每本,6 g × 10 层 × 每本,9 g × 10 层 × 每本,即 30,60,90 g 各 3 本,压平后连同吸水簿置常温干燥箱中干燥。采用综合加权评分法处理数据,以饮片性状外观、总游离氨基酸和醇溶性浸出物质量分数为指标,权重各占 1/3,试验安排及结果见表 1,方差分析见表 2。

由直观分析可知,各因素影响干燥工艺的顺序为 $A > B > C$ 。方差分析表明各因素均无显著性差异,选择最佳干燥工艺为 $A_1B_1C_1$,但结合干燥生产的效率和成本考虑,确定鹿茸岭南特色饮片干燥工艺为 $A_1B_1C_3$,即 35 ℃干燥 4 h,物料密度 9 g。取鹿茸极薄片样品 90 g,共 3 份,按优选的工艺条件进行干燥,计算醇溶性浸出物质量分数分别为 9.50%,

表 1 鹿茸极薄片干燥工艺正交试验分析

Table 1 Orthogonal test analysis of drying process for Cervi Cornu Pantotrichum extremely thin slice

No.	A 温度 /℃	B 时间 /h	C 物料 密度/g	D (空白)	醇溶性 浸出物/%	总游离 氨基酸/%	性状	综合评分
1	35	4	3	1	9.58	1.16	气味、颜色、形状、质地正常	99.44
2	35	5	6	2	9.20	1.16	气味、颜色、形状、质地正常	98.14
3	35	6	9	3	8.51	1.13	气味、颜色、形状正常,质地稍脆	90.75
4	40	4	6	3	8.75	1.11	气味、颜色、形状正常,质地稍脆	91.00
5	40	5	9	1	9.19	1.08	气味、颜色、形状正常,质地稍脆	91.64
6	40	6	3	2	9.74	1.15	气味、颜色、形状正常,质地脆容易破碎	91.37
7	45	4	9	2	8.36	1.13	气味、颜色、形状正常,质地脆容易破碎	86.08
8	45	5	3	3	8.55	1.13	气味、颜色、形状正常,质地脆容易破碎	86.73
9	45	6	6	1	8.25	1.12	气味、颜色、形状正常,质地脆容易破碎	85.41

注:性状评分(气味、颜色、性状及质地正常各记 8.33 分,质地稍脆记 4.17 分,质地脆且易破碎记 0 分)。

表 2 综合评分方差分析

Table 2 Variance analysis of composite score

方差来源	SS	MS	F	P
A	151.22	75.61	11.78	>0.05
B	17.94	8.97	1.39	>0.05
C	14.24	7.12	1.11	>0.05
D(误差)	12.83	6.42		

注: $F_{0.05}(2,2)=19$ 。

9.47%,9.53%,总游离氨基酸质量分数分别为 1.15%,1.16%,1.16%,3 批样品气味、颜色、形状、质地均正常,证明优选的干燥工艺稳定可靠。

3 讨论

从干燥速率、能耗角度考虑,传统干燥法的米藏工序繁琐,干燥需要 2 d;而新型常温干燥法是直接将吸水纸放入常温干燥箱内,干燥时间仅 4 h。后者的干燥速率明显高于传统干燥法,同时 35℃干燥 4 h 的耗电量 12 kW·h⁻¹,能耗较低,可控性、操作性强。综合醇溶性浸出物、含水量、总游离氨基酸含量等考虑,2 种干燥方法差异较小;而且气味、颜色、形状、质地正常,亦无明显差异。综合分析,新型常温干燥法较传统干燥法好,不会对外观性状造成任何影响。

鹿茸含有的活性成分总游离氨基酸、蛋白质等属热敏成分,干燥温度会影响其药效的发挥^[4]。本文模拟炒米吸附干燥的原理,采用具有冲压离心技术、热泵技术、负压技术等特点的新型常温干燥技术,能合理控制温度和湿度 2 大决定性干燥因素,以“动-静”结合的方式,利用大量、循环、温湿可控的干燥空气取代盲目的升温加热,技术原理见图 1。该技术颠覆传统,以热泵冲压离心技术取代以往用热

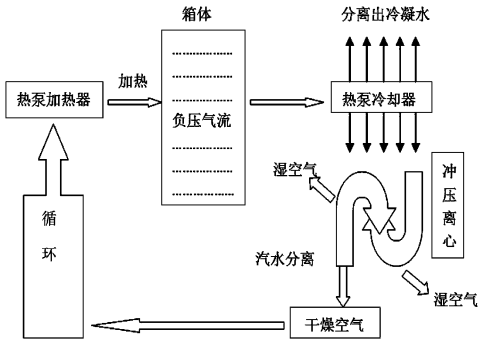


图 1 新型常温干燥法技术原理
Fig.1 Technical principle of new room temperature drying method

能制造干燥空气介质,并利用带负压的快流速气流,使物料的水分更易脱离,并且有差别排放湿空气,使干燥空气得以循环利用,增高能耗效率,更大程度地保留了药材中有效成分。新型常温干燥箱操作简便、耗时短、能耗低、工艺参数可控,并能保证炮制品的内在和外在质量,可为鹿茸极薄片的大规模生产提供理论基础和依据。该技术的推出能有效解决传统热风干燥在中药干燥领域能耗高、效率低、质量差的行业瓶颈,实现低能耗、低污染、高质量的常温干燥。

[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:中国医药科技出版社,2010:303.
[2] 叶定江. 中药炮制学[M]. 北京:人民卫生出版社,2011:708-710.
[3] 广东省食品药品监督管理局. 广东省炮制规范[S]. 广州:广东科技出版社,2011:243.
[4] 刘军,张世伟. 鹿茸的冻干新工艺及性质[J]. 真空科学与技术学报,2011,31(2):229-231.

[责任编辑 刘德文]