

影响洁身洗液醇沉因素的研究^{*}

李晓刚¹ 张珍¹ 冯敏² 张辉¹

(1. 陕西步长高新制药有限公司, 陕西 西安 710119; 2. 陕西步长制药有限公司, 陕西 西安 712000)

摘要:目的 解决洁身洗液产品醇沉工艺不稳定的问题, 提高产品质量的稳定性。方法 以醇沉浸膏收率为参考标准, 考察不同设备内部构造、醇沉温度、搅拌转速、搅拌时间等对醇沉效果影响的因素, 优化本产品的醇沉工艺。结果 内部构造有挡板的醇沉收率高于无挡板; 醇沉药液最适温度为 20~30℃; 搅拌转速为 50 r·min⁻¹; 加醇时间为 30 min 以内, 搅拌时间为药液搅拌均匀停止。结论 有效的稳定了产品醇沉收率和产品质量。

关键词:洁身洗液; 醇沉; 工艺

中图分类号: R283

文献标识码: A

文章编号: 2096-1340(2022)04-0087-03

DOI: 10.13424/j.cnki.jstcm.2022.04.019

洁身洗液^[1]功能主治清热解毒, 燥湿杀虫。适用于湿热蕴结所致湿疹、阴痒带下的中药洗剂。该产品成分复杂, 在醇沉时, 易出现沉淀和药液分层不明显的现象, 导致批间内回收出膏率差距较大。醇沉原理是利用中药中的大多数有效成分(如生物碱盐、苷类等)既溶于水又溶于乙醇, 用适当浓度的乙醇经一次或多次沉降可以有效地除去粘液质、糊化淀粉、果胶等杂质。通常, 当乙醇含量达 50%~60% 时, 可以除去淀粉等杂质; 75% 时可除去蛋白质等杂质; 80% 时几乎可以除去全部蛋白质、无机盐类杂质^[2]。文献研究中考察影响醇沉工艺^[3-12]的参数包括: 需要达到的乙醇浓度、待精制浓缩药液的浓度即初膏浓度、乙醇用量和所用乙醇浓度, 以及药液温度, 加醇方式, 室内温度, 醇沉时间等。因本产品醇沉工艺中, 醇沉前的相对密度、乙醇加入量、乙醇浓度工艺中已明确, 故本次实验主要考察设备内部构造、药液温度、加醇时间、搅拌转速、搅拌时间对本产品醇沉工艺的影响。

1 仪器与试药

1.1 仪器 MTCG-SM 醇沉罐(陕西三原美乐公司通用机械厂); JC-3.0 醇沉罐(温州市洪都轻工机械有限公司)。

1.2 试药 洁身洗液水提浓缩浸膏(自制); 乙醇浓度≥90%。

2 醇沉工艺考察及结果

2.1 醇沉浸膏制备 按照洁身洗液生产工艺将苦参、蛇床子、关黄柏、苍术、土荆皮、花椒、野菊花, 加水煎煮二次, 合并煎液, 滤过, 滤液减压浓缩至相对密度 1.10(50℃), 即得。

乙醇加入量(L) = $\frac{\text{浸膏质量}}{\text{相对密度}} \times 60\% / (\text{加入乙醇浓度} - 60\%)$ (1)

出膏率 = $\frac{\text{浸膏总量(kg)}}{\text{投入药材量(kg)}} \times 100\%$ (2)

2.2 考察醇沉罐内部构造对醇沉效果的影响

取连续生产 6 批浸膏, 醇沉前调节浸膏温度, 使得批间浸膏温度差距 < 5℃, 分别加入到两个醇沉罐中(每罐 3 批), 1[#]醇沉罐含挡板, 2[#]醇沉罐体不含挡板。按计算量加 ≥ 90% 乙醇至含醇量达 60%, 加醇时间 30 min, 搅拌转速 50 r·min⁻¹, 加醇结束后调节搅拌转速至 90 r·min⁻¹ 搅拌至上下醇浓度一致后停止搅拌, 静置 24 h, 滤过, 减压回收乙醇至无醇味, 出膏, 考察对出膏率的影响。

结果: 由图 1 可知, 通过 6 批试验, 有挡板的醇沉罐平均出膏率比无挡板的高 2.69%, 有挡板的分层效果优于无挡板的醇沉罐。

2.3 考察浸膏温度对醇沉效果的影响 模拟四季不同温度, 分别将批间浸膏温度调至 (10 ±

* 基金项目: 陕西省重点科技创新团队计划项目(2015KCT-19)

2)℃、(20±2)℃、(30±2)℃、(40±2)℃,加入1#醇沉罐中,计算用量,加≥90%乙醇至含醇量达60%,加醇时间30 min,搅拌转速50 r·min⁻¹,加醇结束后调节搅拌转速至90 r·min⁻¹,考察浸膏温度对出膏率的影响。

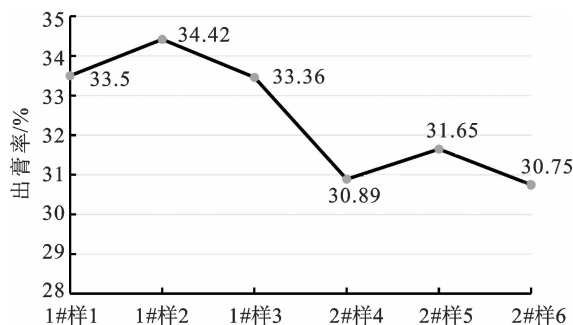


图1 醇沉罐内部构造对醇沉效果的影响

结果:由图2可知,通过4批温度试验,浸膏温度在29℃、21℃时,出膏率高于温度在9℃、38℃时的出膏率。温度对于本产品醇沉效果影响较大。

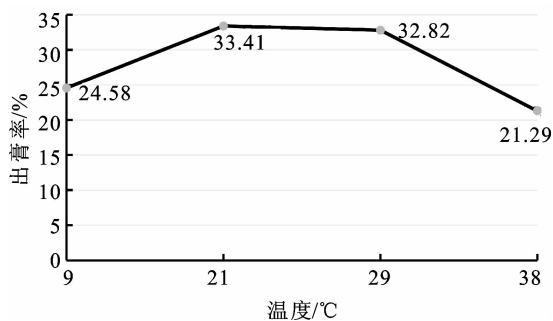


图2 温度对醇沉效果的影响

2.4 考察不同加醇时间对醇沉效果的影响 取连续生产6批浸膏,调节醇沉前批间浸膏温度差距<5℃,分别加入1#醇沉罐中,计算量加≥90%乙醇至含醇量达60%,搅拌转速50 r·min⁻¹,加醇结束后调节搅拌转速至90 r·min⁻¹,考察调节加醇时间对出膏率的影响,因考虑加醇管道和阀门开关大小,加醇速度最快约为25 min。

结果:由图3可知,通过6批实验,加醇时间60 min的平均出膏率比加醇时间24~30 min的平均出膏率低9.65%。确定加醇时间应控制在24~30 min。

2.5 考察不同搅拌转速对醇沉效果的影响 取连续生产6批浸膏,调节醇沉前浸膏温度差距<5℃,加入1#醇沉罐中,计算量加≥90%乙醇至含醇量达60%,加醇时间控制在30 min以内加完,加醇时分别调节搅拌转速为50 r·min⁻¹和90 r·min⁻¹,考察不同的搅拌转速对出膏率的影响。

结果:由图4可知,加醇时转速为50 r·min⁻¹比转速为90 r·min⁻¹的平均出膏率高8.44%。

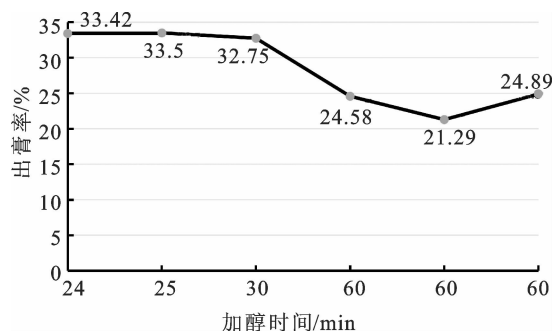


图3 加醇时间对醇沉效果的影响

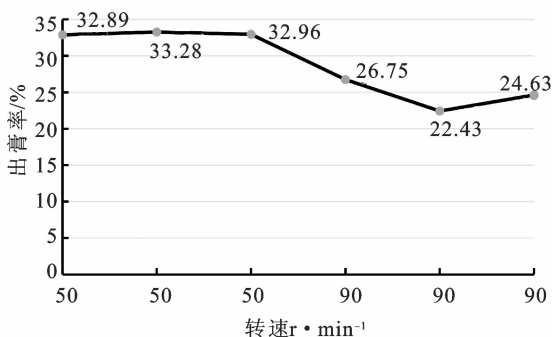


图4 转速对醇沉效果的影响

2.6 考察不同搅拌时间对醇沉效果的影响 取连续生产6批浸膏,调节醇沉前浸膏温度差距<5℃,加入1#醇沉罐中,计算量加≥90%乙醇至含醇量达60%,加醇时间控制在30 min以内,搅拌转速50 r·min⁻¹,加醇结束后调节搅拌转速至90 r·min⁻¹继续搅拌,考察加醇后搅拌时间对出膏率的影响。

结果:通过检测加完醇搅拌8 min后,药液上下醇浓度一致,药液搅拌均匀。由图5可知,加醇结束后延长搅拌时间,醇沉效果越差,本产品适合搅拌均匀即可停止。

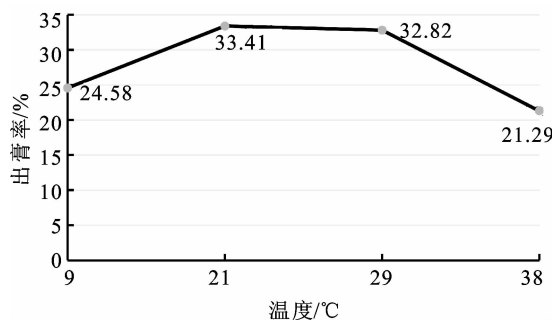


图5 搅拌时间对醇沉效果的影响

3 产品工艺优化

按工艺要求对洁身洗液进行提取浓缩后,采

用最佳的工艺参数进行试验 6 批,醇沉出膏率平均 32.54%,并且对成品进行检验,浸膏、相对密度、

表 1 优化工艺后产品质量

实验	质量标准	样 1	样 2	样 3	样 4	样 5	样 6
出膏率(%)	30.0~35.0	32.08	33.25	31.25	32.67	32.50	33.50
相对密度	应不低于 1.01	1.02	1.03	1.02	1.03	1.03	1.03
鉴别	①应检出蛇床子素 ②应检出关黄柏、盐酸小檗碱 ③应检出苦参、苦参碱	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定
含量测定 (mg·mL ⁻¹)	本品每 1mL 含苦参以苦参碱计,不得少于 0.20 mg	0.64	0.80	0.64	0.77	1.01	0.79

4 结 论

醇沉工序是洁身洗液生产中一个重要工序,本文通过对醇沉罐内部构造,醇沉温度、搅拌转速、加醇速度和加醇时间等影响因素进行工艺试验,确定了洁身洗液产品醇沉的最优工艺参数,即内部构造有挡板的醇沉罐优于无挡板的醇沉罐,可对 2[#]无挡板的醇沉罐进行设备改造;醇沉前浸膏温度应调节至 20~30℃;加醇时间为 30 min 以内;搅拌转速为 50 r·min⁻¹;搅拌时间为药液搅拌均匀停止。对洁身洗液工艺改进后通过连续生产 6 批,产品出膏率和质量均稳定可靠。通过细化工艺参数,避免了因环境、人员、物料等差异而导致的产品质量较大波动,稳定了产品质量。

参考文献

[1]魏红妮,郭增军,张青.洁身洗液的含量测定方法及工艺优化研究[J].西北药学杂志,2019,34(1):16-19.

[2]赵陆军,徐思康,张保献.中药水提取液常用精制方法概述[J].中国中医药信息杂志,2000,7(11):47.

[3]张玉娜,王倩文,张双灵.水提醇沉法提取香菇多糖的最佳工艺研究[J].青岛农业大学学报(自然科学版),2020,37(1):43-46.

[4]何艳春,莫秋瑜,黄瑞松.正交试验优化十味参归灌肠液的水提醇沉工艺研究[J].广西医科大学学报,2019,36(11):1843-1846.

[5]任伟光,吴玉林,林兰,等.糖心平方水提醇沉的工艺研究[J].时珍国医国药,2019,30(8):1876-1878.

[6]王永林,尚荣国,李康乐,等.正交试验法优选康痔栓的醇沉工艺[J].世界中医药,2019,14(6):1378-1381.

[7]邵峰,俞梦莹,蒋美林,等.搅拌速度对黄芪颗粒醇沉沉淀分形维数及醇沉效果的影响[J].中药材,2019,42(3):612-616.

[8]肖兰英,刘洋,吴东,等.多指标综合评分法优选黄芪通便颗粒水提醇沉工艺[J].江西中医药,2019,50(3):57-61.

[9]赵雪莹,李敏,王佳妮,等.正交试验优选野菊花膏粉的醇沉工艺[J].临床医药文献电子杂志,2019,6(16):168-169.

[10]孙月霞,吴淑娥.初膏浓度对醇沉效果的影响[J].基层中药杂志,2000,14(5):36.

[11]屠家启.板蓝根冲剂醇沉工艺的探讨[J].基层中药杂志,2000,14(6):31.

[12]刘源焯,李清平,何天富,等.正交试验法优选复方白花蛇舌草胶囊醇沉工艺[J].广西中医药大学学报,2018,21(4):46-49.

（修回日期:2020-06-01 编辑:崔春利）