

# Study on Drying Process of the Gan-Mao-Ling Liquid Extract

Qiongya Li, Shasha Liu

China Resources Sanjiu Medical & Pharmaceutical Co., Ltd., Shenzhen Guangdong  
Email: lqy\_photo@163.com

Received: Aug. 13<sup>th</sup>, 2019; accepted: Aug. 26<sup>th</sup>, 2019; published: Sep. 5<sup>th</sup>, 2019

---

## Abstract

**Objective:** To optimize the best and suitable drying process of the Gan-Mao-Ling liquid extract for large-scale production. **Methods:** Using high performance liquid chromatography to determine the contents of buddleoside and comparing decompression vacuum drying, continuous vacuum belt drying and microwave drying by the standard of buddleoside retention. **Results:** The continuous vacuum belt drying temperature was controlled at 70 degrees or below, buddleoside retention is up to 98.85%. **Conclusion:** Continuous vacuum belt drying is fast and convenient, for heat-sensitive material stability, high yield, suitable for large-scale production.

## Keywords

Gan-Mao-Ling Liquid Extract, Buddleoside, Drying Process

---

# 感冒灵清膏干燥工艺的研究

李琼娅, 刘莎莎

华润三九医药股份有限公司, 广东 深圳  
Email: lqy\_photo@163.com

收稿日期: 2019年8月13日; 录用日期: 2019年8月26日; 发布日期: 2019年9月5日

---

## 摘要

**目的:** 优选出感冒灵清膏最佳且适合大生产的干燥工艺参数。 **方法:** 采用高效液相色谱法检测样品中蒙花苷的含量, 以蒙花苷的保存率为指标, 比较了减压真空干燥、真空连续带式干燥、微波干燥三种干燥方式。 **结果:** 采用真空连续带式干燥温度控制在70度以下, 蒙花苷保存率高达98.85%, 并且干燥时间短。 **结论:** 真空连续带式干燥方便快捷、对热敏性物质稳定、产量高、适合大生产。

## 关键词

感冒灵清膏, 蒙花苷, 干燥工艺

Copyright © 2019 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

感冒灵胶囊是中西药复方制剂, 其生产过程是将三叉苦、金盏银盘、野菊花、岗梅等中药材制成清膏, 清膏经过干燥制成干膏, 加入辅料和咖啡因、对乙酰氨基酚、马来酸氯苯那敏三种化学药物制粒装胶囊, 具有解热镇痛的功效, 用于感冒引起的头痛、发热、鼻塞流涕、咽痛等, 野菊花是本制剂的主药材之一, 蒙花苷是野菊花的特征成分[1][2], 具有抗菌消炎、抑制血小板聚集和抑制磷酸二酯酶[3][4], 为了提高感冒灵清膏中蒙花苷在干燥过程中的保存率, 本实验采用真空减压干燥、带式真空干燥和微波干燥分别干燥同一批感冒灵清膏, 以清膏到干膏中蒙花苷保存率为评价指标, 考察最适合感冒灵清膏的干燥方式。

## 2. 仪器与试剂

戴安 U3000 系列高效液相色谱仪(二极管阵列检测器); Sartorius BP211D 型电子天平; 超声清洗器(型号: SK5200H, 功率 200 W, 频率 59 KHz, 上海科导超声仪器有限公司); YZG 系列真空干燥箱(常熟市制药化工机械总厂有限公司); BVD210 真空连续带式干燥机(温州市金榜轻工机械有限公司); WBZ 微波真空干燥机(贵阳新奇微波工业有限责任公司); 乙腈为色谱纯, 磷酸为分析纯, 水为超纯水; 蒙花苷对照品(批号 111528-201606, 中国药品生物制品检验所); 感冒灵清膏(批号 1809111, 华润三九医药股份有限公司)。

## 3. 方法与结果

### 3.1. 蒙花苷含量测定方法

#### 3.1.1. 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱: 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Kromasil C<sub>18</sub> 250 mm\*4.6 mm 5 μm); 以甲醇—0.1%磷酸水溶液(48:52)为流动相; 检测波长 334 nm; 柱温 25℃。

#### 3.1.2. 对照品溶液的制备

取经五氧化二磷干燥 12 小时的蒙花苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 ml 含蒙花苷 20 μg 的溶液, 即得。

#### 3.1.3. 供试品溶液的制备

1) 清膏溶液的制备: 精密称取感冒灵清膏 1.0 g, 置于 100 ml 量瓶中, 加水超声使溶解, 放冷, 定容, 微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 即得。

2) 干膏溶液的制备: 精密称取感冒灵干膏粉 0.5 g, 置于 100 ml 量瓶中, 加水超声使溶解, 放冷, 定容, 微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 即得。

### 3.1.4. 测定法

分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10  $\mu$ l, 双标双样, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

### 3.1.5. 蒙花苷保存率计算公式

$$\text{蒙花苷保存率}(\%) = \frac{\text{干膏重量}(\text{g}) * \text{干膏中蒙花苷含量}(\text{mg/g})}{\text{流膏重量}(\text{g}) * \text{流膏中蒙花苷含量}(\text{mg/g})} \times 100\%$$

## 3.2. 干燥工艺及结果

### 3.2.1. 减压真空干燥

称取感冒灵清膏(批号 1809111) 3 kg, 平均分成三份, 每份 1 kg, 分别在温度 60 $^{\circ}$ C、70 $^{\circ}$ C、80 $^{\circ}$ C 下减压真空干燥(真空压 0.085 mpa), 得到不同温度条件下干燥的干膏。上述样品, 每种样品的供试品溶液平行制备 2 份, 按照“2.1”项下清膏和干膏供试品溶液制备方法和色谱条件检测清膏和干膏中蒙花苷的含量, 计算蒙花苷在干燥过程中的保存率, 温度、蒙花苷保存率、水分、干燥时间见表 1。

**Table 1.** Results of decompression vacuum drying

**表 1.** 减压真空干燥结果

温度( $^{\circ}$ C)	水分(%)	干燥时间(小时)	蒙花苷保存率(%)	不同干燥温度蒙花苷保存率 RSD(%)
60	2.27	20	97.73	
70	2.86	17	94.41	10.6
80	2.81	13	79.62	

由表 1 结果可知: 不同的干燥温度对感冒灵清膏中蒙花苷保存率影响较大, 随着加热温度越高, 干燥时间越短, 但蒙花苷损失量越大, 且温度控制在 70 $^{\circ}$ C 以下蒙花苷较稳定, 但减压干燥时间较长, 70 $^{\circ}$ C 以下干燥, 干燥时间长达 17 个小时以上。

### 3.2.2. 真空连续带式干燥

称取感冒灵清膏(批号 1809111) 40 kg, 平均分成四份, 每份 10 kg, 分别在 60 $^{\circ}$ C、65 $^{\circ}$ C、70 $^{\circ}$ C、80 $^{\circ}$ C 下进行真空连续带式干燥, 得到不同温度条件下干燥的干膏。上述样品, 每种样品的供试品溶液平行制备 2 份, 按照“2.1”项下清膏和干膏供试品溶液制备方法和色谱条件, 检测清膏和干膏中蒙花苷的含量, 计算蒙花苷在干燥过程中的保存率, 温度、蒙花苷保存率、水分、干燥时间见表 2。

**Table 2.** Vacuum continuous band drying results

**表 2.** 真空连续带式干燥结果

第一段温度( $^{\circ}$ C)	第二段温度( $^{\circ}$ C)	第三段温度( $^{\circ}$ C)	水分(%)	干燥时间(小时)	蒙花苷保存率(%)	不同温度蒙花苷保存率 RSD(%)
60	60	60	3.11	2.5	98.83	
65	65	65	2.95	2.0	97.61	14.0%
70	65	65	2.86	2.0	98.85	
80	80	80	2.68	1.5	72.62	

由表 2 结果可知: 4 种温度蒙花苷的保存率 RSD 值高达 14%, 进一步说明, 蒙花苷的保存率受温度影响较大, 当带式干燥温度控制在 60 $^{\circ}$ C~70 $^{\circ}$ C, 清膏到干膏蒙花苷的保存率均在 97%以上, 当温度升高至 80 $^{\circ}$ C, 蒙花苷保存率下降到 72.62%, 说明温度控制在 60 $^{\circ}$ C~70 $^{\circ}$ C 干燥, 蒙花苷较稳定, 均在 2.0~2.5

小时完成干燥。

### 3.2.3. 微波干燥

称取感冒灵清膏(批号 1809111) 9 kg, 平均分成 3 份, 每份 3 kg, 进行微波干燥, 在 29℃~39℃下, 分别干燥 45、50、55 分钟, 得到不同干燥温度的干膏。上述样品, 每种样品的供试品溶液平行制备 2 份, 按照“2.1”项下清膏和干膏供试品溶液制备方法和色谱条件, 检测清膏和不同干燥时间下干膏中蒙花苷的含量, 计算蒙花苷在干燥过程中的保存率, 温度、蒙花苷保存率、水分、干燥时间见表 3。

Table 3. Microwave drying results

表 3. 微波干燥结果

温度(℃)	水分(%)	干燥时间(分钟)	蒙花苷保存率(%)	不同干燥温度蒙花苷保存率 RSD(%)
29~39	2.87	45	98.60	
29~39	1.86	50	93.05	10.4
29~39	1.58	55	80.32	

由表 3 结果可知: 同一批感冒灵清膏经过三次微波干燥, 干燥时间不一样, 蒙花苷保存率存在显著差异, 且随着干燥时间的延长, 干膏中含水量降低, 蒙花苷保存率也随之降低。在实验过程中, 微波干燥不容易控制, 时间多出 1 分钟, 清膏较容易糊化, 因此不推荐使用微波干燥清膏。

## 4. 结论

1) 清膏的干燥温度: 由减压真空干燥、真空连续带式干燥的温度比较可知, 感冒灵清膏控制在 70℃ 以下进行干燥, 蒙花苷几乎无损失, 80℃ 以上干燥, 蒙花苷保存率显著降低, 初步证明了蒙花苷为热敏性物质, 70℃ 以下较稳定。

2) 清膏的干燥方式: 感冒灵清膏比较了三种干燥方式, 分别是减压真空干燥、真空连续带式干燥、微波干燥。微波干燥的时间短, 加热温度低, 干膏中的有效成分损失少, 但微波的强度、加热时间选择不当, 则会使同一批清膏中有效成分存在不同程度的损失, 微波干燥不稳定, 工艺参数不易控制, 并不适合感冒灵清膏大规模干燥; 减压真空干燥温度控制在 70℃ 以下, 蒙花苷保存率高, 但传热速度慢, 干燥时间长, 直接影响清膏的干燥效率; 真空连续带式干燥的时间最短, 干膏产量高, 蒙花苷保存率高, 能够实现连续生产, 便于大规模生产。比较三种干燥方式的感冒灵清膏干燥效率及蒙花苷保存率, 真空连续带式干燥优于减压真空干燥和微波干燥, 方便快捷、对热敏性物质稳定、产量高, 适合大生产。

3) 利用真空连续带式干燥感冒灵清膏的最佳干燥工艺参数有待进一步深入研究。

## 参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 一部[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 219.
- [2] 谭晓杰, 贾英, 陈晓辉, 等. RP-HPLC 法测定野菊花中蒙花苷含量[J]. 沈阳药科大学学报, 2004, 21(6): 434-435.
- [3] 谭晓杰, 贾英, 李清, 等. RP-HPLC 法同时测定野菊花中木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷含量[J]. 中草药, 2006, 37(8): 1261-1262.
- [4] 陈惠芳. 植物活性成分辞典: 第 3 册[Z]. 北京: 中国医药科技出版社, 2001: 12-13.

**知网检索的两种方式：**

1. 打开知网首页：<http://cnki.net/>，点击页面中“外文资源总库 CNKI SCHOLAR”，跳转至：<http://scholar.cnki.net/new>，搜索框内直接输入文章标题，即可查询；  
或点击“高级检索”，下拉列表框选择：[ISSN]，输入期刊 ISSN：2166-6067，即可查询。
2. 通过知网首页 <http://cnki.net/>顶部“旧版入口”进入知网旧版：<http://www.cnki.net/old/>，左侧选择“国际文献总库”进入，搜索框直接输入文章标题，即可查询。

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：[tcm@hanspub.org](mailto:tcm@hanspub.org)