



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107702520 A

(43)申请公布日 2018.02.16

(21)申请号 201710834778.6

(22)申请日 2017.09.15

(71)申请人 漳州片仔癀药业股份有限公司

地址 363000 福建省漳州市上街1号

(72)发明人 袁慧君 蒋珍珍 于娟 洪绯

吴丽璇

(74)专利代理机构 厦门市首创君合专利事务所

有限公司 35204

代理人 李雁翔 秦彦苏

(51) Int. Cl.

F26B 21/08(2006.01)

F26B 25/22(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种天然麝香的冷凝干燥方法

(57)摘要

本发明公开了一种天然麝香的冷凝干燥方法,将麝香平铺,平铺厚度不超过5cm,置于冷凝干燥箱中,在5~50℃下恒温冷凝干燥,直至干燥失重率低于35%为止。本发明根据麝香水分多、挥发性药效成分多的特质,创新性的采用冷凝干燥方法,在密封、低温的条件下实现麝香样品中水分的吸除和降低干燥空间中相对湿度的需要,经冷凝干燥后麝香干燥失重可达到药典标准,且没有造成麝香中挥发性成分明显损失,干燥效能较高,操作简便,成本低廉,具有良好的应用前景。

1. 一种天然麝香的冷凝干燥方法,其特征在于:包括:将麝香平铺,平铺厚度不超过5cm,置于冷凝干燥箱中,在5~50℃下恒温冷凝干燥,直至干燥失重率低于35%为止。

2. 根据权利要求1所述的天然麝香的冷凝干燥方法,其特征在于:麝香平铺厚度不超过1cm,置于冷凝干燥箱中,在20~50℃下恒温冷凝干燥,直至干燥失重率低于35%为止。

3. 根据权利要求1所述的天然麝香的冷凝干燥方法,其特征在于:将麝香平铺在大小适宜的白绸布上。

4. 根据权利要求1所述的天然麝香的冷凝干燥方法,其特征在于:所述冷凝干燥箱包括可密封的箱体、蒸发器、压缩机、冷凝器、储水盒和控温装置;该蒸发器设在箱体内,压缩机和冷凝器设在箱体外,该蒸发器、压缩机和冷凝器通过管道依次连通形成密闭循环系统,该密闭循环系统内设有冷却剂;该储水盒设在箱体内且与蒸发器相连;所述储水盒上设有出水管,该出水管连通箱体之外;通过冷却剂在蒸发器处汽化吸热以降低箱体内温度和湿度。

5. 根据权利要求4所述的天然麝香的冷凝干燥方法,其特征在于:所述冷凝干燥箱还包括膨胀阀,该膨胀阀设在冷凝器与蒸发器之间。

6. 根据权利要求4所述的天然麝香的冷凝干燥方法,其特征在于:所述冷凝干燥箱还包括单向阀,该单向阀设在冷凝器与蒸发器之间。

7. 根据权利要求4所述的天然麝香的冷凝干燥方法,其特征在于:所述箱体内还设有风机。

8. 根据权利要求4所述的天然麝香的冷凝干燥方法,其特征在于:所述箱体内还设有加热装置。

9. 根据权利要求4所述的天然麝香的冷凝干燥方法,其特征在于:所述箱体内设有物料室,所述麝香平铺后置于物料室内干燥。

一种天然麝香的冷凝干燥方法

技术领域

[0001] 本发明涉及麝香药材的干燥方法,具体涉及一种天然麝香的冷凝干燥方法。

背景技术

[0002] 麝香为鹿科动物林麝、马麝或原麝成熟雄体香囊中的干燥分泌物,是传统名贵中药材。据《本草纲目》记载,麝香通诸窍、开经络、透肌骨,具有开窍醒神、活血通经、消肿止痛的功能,《本草纲目》云:“……盖麝香走窜,能同诸窍之不利,开经络之壅遏”,说明麝香中挥发性成分可作用于人体,发挥显著的药效作用,在热病神昏、中风痰厥、气郁暴厥、中恶昏迷、经闭、瘕、难产死胎、胸痹心痛、心腹暴痛、跌扑伤痛、痹痛麻木、痈肿瘰疬、咽喉肿痛等多种疾病的治疗均有广泛应用。麝香至今已被400种左右的中成药使用,在中医药文化的传承和发展中发挥了重要作用。

[0003] 中国药典2015年版一部麝香项下规定麝香干燥失重不得过35%,刚采收下的天然麝香水分过多,常不符合该标准,须经净制和干燥处理合格后方可贮藏或制药。若麝香不经干燥处理的话,易发生发霉变质,难以长期贮藏,同时还会影响用药剂量、生产投料的准确性。另一方面,麝香具有强烈的特异性香气,其中含有的挥发性成分麝香酮、降麝香酮、雄甾酮类化合物等具有生物活性作用,极易在加工过程中损耗。因此,麝香干燥处理方法的合理与否,直接关系到麝香中挥发性活性成分的损失问题,从而影响到成药的质量和疗效。

[0004] 麝香的传统干燥处理常采用常压吸湿干燥、减压干燥、真空冷冻干燥等,均存在较大的局限性。常压吸湿干燥法处理过程繁琐,人力消耗大,干燥时间长,麝香干燥后麝香酮有一定的损失;而减压干燥法和真空冷冻干燥法处理过程由于需要抽真空,造成麝香挥发性成分的明显损失。因此以上三个方法均不是去除麝香中水分的理想方法。故本发明旨在提供一种更为科学合理的麝香干燥处理方法。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有技术的不足之处,提供了一种天然麝香的冷凝干燥方法,经冷凝干燥后麝香干燥失重可达到药典标准,且没有造成麝香中挥发性成分明显损失,干燥效能较高,操作简便,成本低廉,具有良好的应用前景。

[0006] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:

[0007] 一种天然麝香的冷凝干燥方法,包括:将麝香平铺,平铺厚度不超过5cm,置于冷凝干燥箱中,在5~50℃下恒温冷凝干燥,直至干燥失重率低于35%为止。

[0008] 一实施例中:麝香平铺厚度不超过1cm,置于冷凝干燥箱中,在20~50℃下恒温冷凝干燥,直至干燥失重率低于35%为止。

[0009] 一实施例中:将麝香平铺在大小适宜的白绸布上,白绸布没有纤维脱落,不易沾染麝香,易清洁消毒。

[0010] 一实施例中:所述冷凝干燥箱包括可密封的箱体、蒸发器、压缩机、冷凝器、储水盒和控温装置;该蒸发器设在箱体内,压缩机和冷凝器设在箱体外,该蒸发器、压缩机和冷凝

器通过管道依次连通形成密闭循环系统,该密闭循环系统内设有冷却剂;该储水盒设在箱体内部且与蒸发器相连;所述储水盒上设有出水管,该出水管连通箱体之外;通过冷却剂在蒸发器处汽化吸热以降低箱体内温度和湿度。

[0011] 一实施例中:所述冷凝干燥箱还包括膨胀阀,该膨胀阀设在冷凝器与蒸发器之间。

[0012] 一实施例中:所述冷凝干燥箱还包括单向阀,该单向阀设在冷凝器与蒸发器之间,用于确保冷却剂从冷凝器向蒸发器单向流动。

[0013] 一实施例中:所述箱体内还设有风机。

[0014] 一实施例中:所述箱体内还设有加热装置。

[0015] 一实施例中:所述箱体内设有物料室,所述麝香平铺后置于物料室内干燥。

[0016] 本技术方案与背景技术相比,它具有如下优点:

[0017] 本发明根据麝香水分多、挥发性药效成分多的特质,创新性的采用冷凝干燥方法,在密封、低温的条件下实现麝香样品中水分的吸除和降低干燥空间中相对湿度的需要,经冷凝干燥后麝香干燥失重可达到药典标准,且没有造成麝香中挥发性成分明显损失,干燥效能较高,操作简便,成本低廉,具有良好的应用前景。

附图说明

[0018] 下面结合附图和实施例对本发明作进一步说明。

[0019] 图1为本发明采用的冷凝干燥箱的示意图。

[0020] 附图标记:箱体1,物料室11;蒸发器2;压缩机3;冷凝器4;膨胀阀5;单向阀6;储水盒7,出水管71;加热装置8;风机9。

具体实施方式

[0021] 下面通过实施例具体说明本发明的内容:

[0022] 实施例

[0023] 本实施例采用的冷凝干燥箱如图1所示,包括箱体1、风机9、蒸发器2、压缩机3、冷凝器4、膨胀阀5、单向阀6、储水盒7、加热装置8和控温装置;

[0024] 所述箱体1内设有物料室11,所述麝香平铺后置于物料室11内干燥;箱体1内还设有风机9,风机9设于蒸发器2附近;箱体1在使用时应为密封状态,箱体1内外无空气交换;

[0025] 所述蒸发器2设在箱体1内,压缩机3和冷凝器4设在箱体1外,该蒸发器2、压缩机3和冷凝器4通过管道依次相互连通,且在冷凝器4与蒸发器2之间的管道上依次设置单向阀6和膨胀阀5,从而形成密闭的循环系统;该密闭循环系统内设有冷却剂,冷却剂可在密闭循环系统内流动;通过单向阀6确保冷却剂从冷凝器4向蒸发器2单向流动,通过膨胀阀5调节冷却剂流动的速度;

[0026] 所述储水盒7设在箱体1内且与蒸发器2相连,储水盒7上设有出水管71,该出水管71连通箱体1之外;

[0027] 所述加热装置8设在箱体1内蒸发器2附近;所述控温装置通过检测箱体1内温度和湿度来实时调控加热装置8、风机、蒸发器2、压缩机3、冷凝器4的运行。

[0028] 本实施例的冷凝干燥箱,冷却剂可在密闭循环系统内流动,冷却剂在蒸发器2处汽化吸热,降低蒸发器2表面温度及蒸发器2附近的空气温度,降温后的空气在风机的带动下

在箱体1内循环,从而降低箱体1内物料室11温度,同时由于蒸发器2表面温度较低,箱体1内的水汽在蒸发器2表面凝结后流入储水盒7内由出水管71流出箱体1外,从而降低箱体1内物料室11湿度。冷却剂在蒸发器2处汽化后流动进入压缩机3,被压缩成为高温高压的液体,然后在冷凝器4处散热降温,变为低温高压液体,经过单向阀6和膨胀阀5后再次到达蒸发器2处,压力降低,汽化吸热,从而源源不断的降低物料室11内的温度和湿度,实现降温除湿的作用,实现对麝香的干燥。

[0029] 进一步的,通过加热装置8可以增强降温除湿效果。具体的,风机9和加热装置分别位于蒸发器2的两侧,蒸发器2附近的空气温度和湿度降低后,在风机9的作用下流经加热装置8,加热装置对冷的干燥空气进行适当加热,使冷干燥空气变为热干燥空气(温度不超过50℃),然后热干燥空气上升并进入物料室11内,对麝香进行干燥后,变为冷的潮湿空气,下降至风机9处,被风机9带动再次流经蒸发器2进行降温除湿。通过加热装置8适当增加干燥空气的温度,能够有效提高对麝香的干燥效果。

[0030] 本实施例之中,风机9的作用在于促进箱体1内空气流动形成循环,因此,风机9的位置和数量并不以此为限,只要能够在箱体1内形成空气循环流动即可。

[0031] 本发明的采用冷凝干燥箱对天然麝香进行冷凝干燥的方法如下:

[0032] 将麝香平铺在大小适宜的白绸布上,平铺厚度不超过5cm,最好不超过1cm;置于冷凝干燥箱箱体1的物料室11内,在5~50℃下,最好20~50℃下恒温冷凝干燥,直至干燥失重率低于35%为止。

[0033] 下述实验例用于说明本实施例的效果:

[0034] 实验例

[0035] 1材料与仪器

[0036] 1.1仪器

[0037] 上述实施例的冷凝干燥箱(内径480mm×300mm×300mm)、真空干燥箱(施都凯仪器(上海)有限公司,型号VOS-90A)、气相色谱仪(Agilent 7890A型)、气相色谱-质谱联用仪(Agilent 7890A/Agilent 5975C)、干燥器(内径300mm)、真空泵、真空冷冻干燥机 Advantage2.0 Benchtop Freeze Dryer(美国SP Industries公司)、超声波提取器(KQ-300E型)。

[0038] 1.2试剂

[0039] 对照品麝香酮、五氧化二磷、变色硅胶。

[0040] 1.3材料

[0041] 试验所用的天然麝香药材采自陕西省凤县,批号151001(干燥失重率48.5%,麝香酮含量3.5%)。采收后挑拣出麝毛和香囊脱落的内层皮膜,混合均匀后密封置于4℃冰箱贮藏,于48小时内进行干燥处理。

[0042] 2方法与结果

[0043] 2.1干燥加工方法

[0044] 2.1.1常压干燥

[0045] 干燥器底部铺满干燥剂(五氧化二磷、变色硅胶),将300g麝香平铺在大小适宜的白绸布上,平铺厚度不超过1cm,密封干燥直至干燥失重率低于35%为止。

[0046] 2.1.2减压干燥

[0047] 方法同2.1.1,麝香置于与2.1.1的干燥器同规格的真空干燥箱(底部铺满干燥剂五氧化二磷或变色硅胶)中处理至干燥失重率低于35%为止。

[0048] 2.1.3真空冷冻干燥

[0049] 在真空冷冻干燥机中进行,经预实验确定最佳工艺参数:预冻温度 -40°C ,压力 1.25Pa ,干燥温度 -60°C ,干燥时间 1.25h 。

[0050] 2.1.4冷凝干燥

[0051] 将 300g 麝香平铺在大小适宜的白绸布上,平铺厚度不超过 1cm ,置于上述实施例的冷凝干燥箱箱体的物料室内, $20\sim 50^{\circ}\text{C}$ 下恒温冷凝干燥直至干燥失重率低于35%为止。

[0052] 2.2麝香检测方法

[0053] 2.2.1麝香酮测定方法

[0054] 照中国药典2015年版一部麝香项下[含量测定]方法测定麝香酮含量。

[0055] 2.2.2干燥失重测定方法

[0056] 取麝香 2g ,精密称定,置五氧化二磷干燥器中,减压干燥至恒重,计算减失重量。

[0057] 2.2.3麝香GC-MS指纹图谱测定方法

[0058] (1)供试品溶液的制备

[0059] 取供试品,经减压干燥24小时后,研成粉末,过5号筛,取约 0.2g ,精密称定,置 50ml 具塞锥形瓶中,精密加入无水乙醇 10ml ,密塞,称定重量,冰水中超声处理(功率 300W ,频率 40kHz)15分钟,取出,放至室温,再称定重量,用无水乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

[0060] (2)GC和GC-MS色谱条件

[0061] GC色谱条件:HP-1弹性石英毛细管柱 $30\text{m}\times 0.25\text{mm}\times 0.25\mu\text{m}$,进样口温度: 250°C ,载气为 N_2 ,流速: $1\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$,进样量: $2\mu\text{l}$,分流比:1:1,程序升温:初始温度 80°C ,保持2分钟,以每分钟 5°C 的速率升温至 160°C ,再以每分钟 1°C 的速率升温至 200°C ,保持20分钟,再以每分钟 5°C 的速率升温至 260°C ,保持20分钟。检测器温度: 280°C 。理论塔板数按麝香酮峰计算应不低于20000。

[0062] GC-MS色谱条件:HP-1MS弹性石英毛细管柱 $30\text{m}\times 0.25\text{mm}\times 0.25\mu\text{m}$,进样口温度: 250°C ,载气为 He ,流速: $1\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$,进样量: $2\mu\text{l}$,分流比:1:1,程序升温:初始温度 80°C ,保持2分钟,以每分钟 5°C 的速率升温至 160°C ,再以每分钟 1°C 的速率升温至 200°C ,保持20分钟,再以每分钟 5°C 的速率升温至 260°C ,保持20分钟。离子源温度: 230°C ,四极杆温度: 150°C ,GC-MS接口温度: 280°C ;离子化方式:EI;电子能量: 70eV ;扫描范围(m/z) $30\sim 550$ 。

[0063] 准备未经干燥处理的麝香样品和每种干燥方式获得的麝香样品,同一批样品取6份,按照上述方法进行供试品的制备和检测,将图谱导入国家药典委员会中药色谱指纹图谱相似度评价系统,以平均数法、时间窗 0.2s 进行匹配,测得的每种干燥方式获得的麝香色谱指纹图谱与未经干燥处理的麝香指纹图谱的相似度。

[0064] 3结果

[0065] 实验对比了冷凝干燥和目前常规的干燥方式对麝香样品的处理效果。结果显示,真空冷冻干燥的干燥速率最高,但由于真空度高,使得麝香样品中的挥发性成分损失高达 40% ;减压干燥同真空冷冻干燥一样,在干燥过程中需保持一定的真空度以利于水分蒸发,也易造成麝香样品中挥发性成分的显著下降;常压吸湿干燥的处理时间长,采用变色硅胶

为干燥剂麝香酮损失率为14%，采用五氧化二磷为干燥剂麝香酮损失率为8%。五氧化二磷与变色硅胶相比，吸水效力高，但吸水后五氧化二磷易在表面形成结块，阻止水分向下渗透，大量处理麝香样品时需定时更换干燥剂，同时五氧化二磷吸水产热的问题也容易造成麝香中挥发性成分的损失；而变色硅胶虽然性质较稳定，但采用变色硅胶作为干燥剂麝香酮的损失率略高于五氧化二磷，推测是变色硅胶对于麝香中挥发性成分的吸附力较强所致。而本发明的冷凝干燥同上述方法对比，处理后麝香中挥发性成分损失率最低，处理效率较高，操作简单，成本低廉，认为是麝香药材干燥处理的最佳方法。

[0066] 表1不同干燥方式获得的麝香测定结果(%)

[0067]

干燥方法	干燥剂	干燥时间 h	麝香平均干燥失重率%	平均麝香酮含量%	麝香指纹图谱平均相似度
常压吸湿干燥	变色硅胶	24	34.6	3.0	0.906
	五氧化二磷	17.5	34.1	3.2	0.923
减压干燥	变色硅胶	4.25	33.8	2.0	0.817
	五氧化二磷	2.75	34.9	2.3	0.789
真空冷冻干燥	/	1.25	33.1	2.1	0.745
冷凝干燥 (20 °C)	/	7.2	34.5	3.5	0.975
冷凝干燥 (40 °C)	/	5.5	33.6	3.4	0.988
冷凝干燥 (50 °C)	/	5.2	33.9	3.4	0.943

[0068] 本发明根据麝香的特质创新性的采用冷凝干燥方法，在密封、低温的条件下实现麝香样品中水分的吸除和降低干燥空间中相对湿度的需要，经冷凝干燥后麝香干燥失重可达到药典标准，且没有造成麝香中挥发性成分明显损失，干燥效能较高，操作简便，成本低廉，具有良好的应用前景。

[0069] 以上所述，仅为本发明较佳实施例而已，故不能依此限定本发明实施的范围，即依本发明专利范围及说明书内容所作的等效变化与修饰，皆应仍属本发明涵盖的范围内。

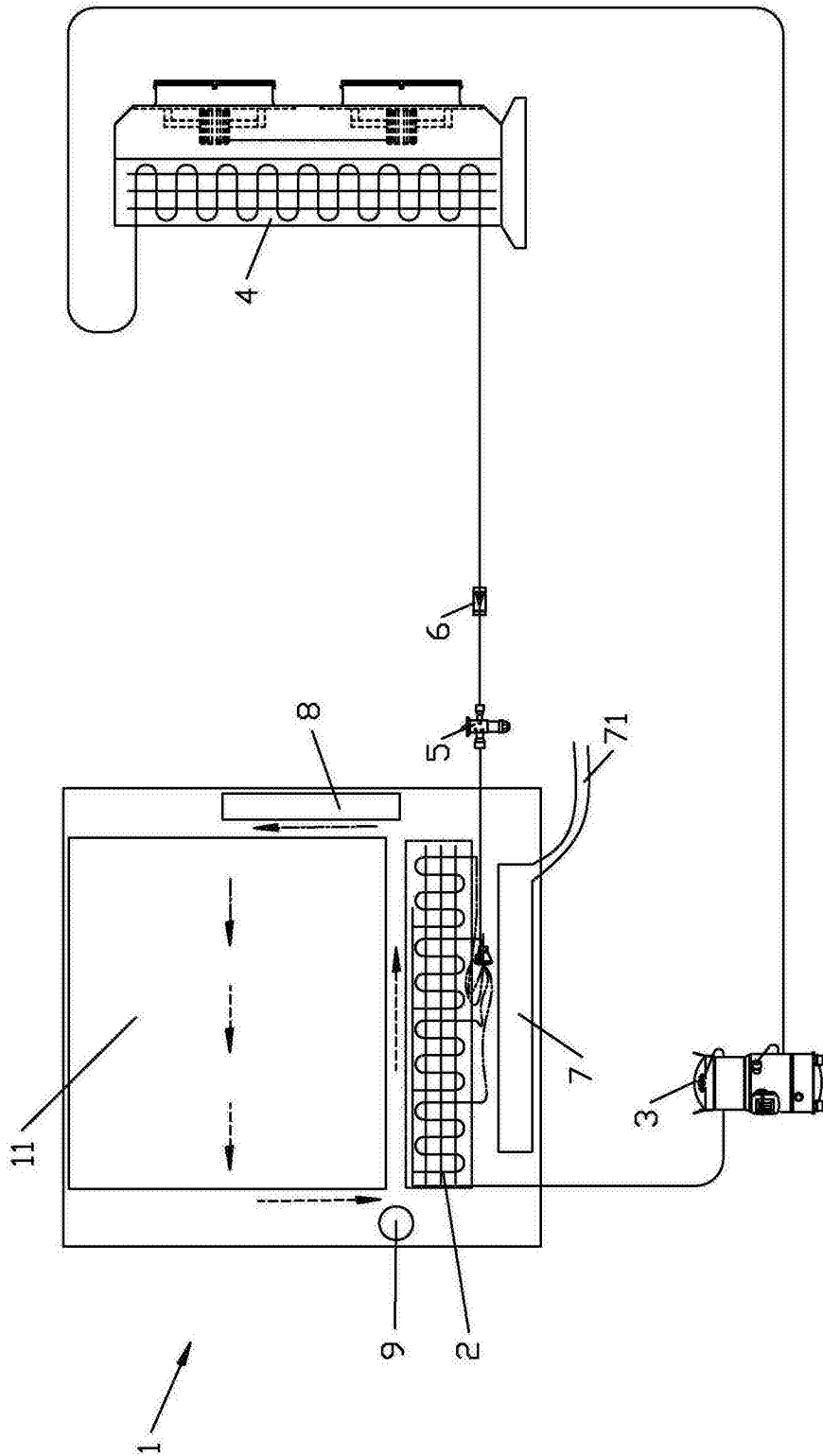


图1