

# 中药浸出液的蒸发浓缩

苗 青(杭州 310006 浙江省中医院)

浓缩设备与工艺的优劣,必将会直接影响浸膏质量。如将三黄泻心汤制成浸膏,若用常压浓缩或减压浓缩,浸膏中番泻苷、小蘗碱、黄芩苷等含量约降低 23%—94%,若用受热

很少的逆渗透浓缩或喷雾干燥,则含量仅降低约 2% 和 6%<sup>[1]</sup>。由此可见,在浓缩工艺中显著影响浸膏质量的因素是:蒸发温度和受热时间,尤其是后者。

## 1 蒸发浓缩工艺的选择

1.1 多效真空浓缩工艺 此工艺为当今大多数中成药生产企业所使用。其不仅明显降低浸出液的蒸发温度,还因为重复利用二、三次蒸汽而节约能源约50%以上,可是其加热浓缩时间并没有缩短,就三效真空浓缩罐与单效真空浓缩罐相比较而言,浸出液在罐内加热蒸发时间均在3h左右,且前者还明显高于后者,使严重影响浸膏质量的不利因素依然存在。如在芍药苷的浸出过程中,于70℃温度下浸取2.5h,浸出率为0.68%;当浸出时间达3h时,浸出率即开始下降,8h后浸出率下降到0.45%<sup>[2]</sup>。又如在柴胡皂苷a的浸出过程中,加热4h时浸出率为0.31%,6h时为0.307%,而8h后即降到0.038%<sup>[3]</sup>。由此可见,要保证中药浸膏质量,必须缩短浓缩受热时间。但是,从中药开始浸出至浓缩成浸膏计,浸出液受热时间一般都接近8h左右。因此,仅仅是降低蒸发温度而忽略了另一个重要因素:受热时间,是不能够确保浸膏质量的。所以,在选择制定蒸发浓缩工艺时,应该首先选择气化温度低,受热时间短的设备。

1.2 薄膜闪蒸三效真空组合浓缩工艺 此工艺为笔者根据中药浸出液体积大、易起泡、易结垢等特点,参考以往各蒸发浓缩设备的特长,研究设计出一套组合式蒸发浓缩工艺,其由二效板式真空升膜蒸发器,三效板式真空降膜蒸发器和一效闪蒸浓缩器等三部分组成。在这套组合浓缩装置中,不但充分发挥了上述三种蒸发设备的特长,亦克服了三效真空浓缩设备传热系数随着效数增加而降低的弊病。

1.2.1 板式真空升膜蒸发器。为本工艺中二效一次浓缩设备,蒸发温度 $\leq 80^\circ\text{C}$ ,先将预热至接近操作压力沸点的浸出液由蒸发器下部进入加热室,在受到间壁来自一效闪蒸加热器的二次蒸汽加热后,迅速沸腾汽化,药液在高速上升的三次蒸汽推动下,沿加热壁呈膜状迅速上升,并继续蒸发至顶部汽液分离室,蒸汽由分离室顶部逸出,作为三效的加热蒸汽,一次浓缩液则从底部流出。升膜式蒸发器由于易结垢,且要求被蒸发液的粘度不大于50厘泊,所以适应蒸发溶媒含量大的浸出液,将其作为一次浓缩极为适宜。其次,这类板式升膜蒸发器使用中空薄板替代传统的列管,使其更具有浸出液停留时间短、体积小、结构简单、造价低、总传热系数高,加热面积可按需要而增减,折洗方便等特点。

1.2.2 板式真空降膜蒸发器。为本工艺中三效二次浓缩设备,蒸发温度 $\leq 65^\circ\text{C}$ 。其与升膜的主要区别是:经一次浓缩的浸出液经顶部液体分布装置,均匀地进入中空加热薄板,药液在重力作用下,沿板壁呈膜状下降,来自二效的三次蒸汽通过间壁加热蒸发浓缩,汽、液于底部分离室分离后,二次浓缩液由下口流出,蒸汽则由分离室上部排出作预热器加热源。在降膜蒸发器中浸出液的停留时间比升膜更短,浸出液能在加热壁上有效成膜,可避免干壁现象,不但传热总系数高,也不存在喷雾状态,故不易跑液。适应溶媒量不大,溶质含量高,粘度较大的浸出液蒸发。将其置于升膜蒸发器后作为二次浓缩也是很理想的。

1.2.3 急闪蒸发浓缩器。为本工艺中一效三次浓缩设备,

蒸发温度 $\leq 60^\circ\text{C}$ 。其工作原理为:将已被蒸发30—45%水分的二次浓缩液,由常压贮槽经低速高压柱塞泵输送到闪蒸加热器(I)中,经夹套0.15MPa锅炉蒸汽加热至 $100^\circ\text{C}$ ,迅速沸腾进入汽液分离室。此分离室也是个中间贮罐,二次蒸汽从室顶端逸出作为二效加热蒸汽。浸出液则汇流贮积于底部,经流量调节阀进入闪蒸加热器(II)中,再由泄压阻喷入闪蒸室上部。闪蒸室实际是一个具有0.08—0.09MPa的真空室。在温度 $\geq 100^\circ\text{C}$ 的二次浓缩液喷入闪蒸室后,由于被浓缩液体的蒸气压远远大于闪蒸室内气压,所以二次浓缩液一旦进入,即刻发生蒸发冷却。这种由外压骤减导致的汽化蒸发,与浸出液蒸气压等于外压的普通加热沸腾汽化相比,其过程非常迅速,故称之为闪急蒸发(Flash evaporation),也叫闪蒸。由于汽化过程迅速异常,所以水分蒸发必需的汽化潜热,全靠二次蒸汽及浓缩液的冷却降温释放的显热供给,结果是浓缩液在水分急速汽化的同时,自身温度亦迅速下降,并在闪蒸室下部汇集流入贮罐。二次蒸汽则由闪蒸室顶部逸出去预热器。这里需要注意的是:闪蒸室蒸发量大,应配置足够大冷却面积的冷凝器,否则将显著影响闪蒸室真空度,而降低闪蒸效果。

就上述蒸发浓缩工艺看,一效闪蒸加热器(I)蒸发温度较高( $\geq 100^\circ\text{C}$ ),但是浓缩液处于此温度下的时间很短,不过几秒,所以对浸膏质量的影响很小。整个蒸发浓缩工艺流程,每单位体积浸出液从进入预热器起,至闪蒸器浓缩液贮罐止,全部加热过程约在10—20s之间。一般说来,只要操作适当,经这一流程三次浓缩,便可制得符合工艺要求的浸膏。而用这种浸膏的质量,确实无可非议。

## 2 三效真空浓缩工艺与三效薄膜闪蒸真空组合浓缩工艺的比较(实验室装置)

2.1 取丹参,粉碎,称取20目粗粉100g,加水8倍量,于 $90^\circ\text{C}(\pm 5^\circ\text{C})$ 动态浸出二次,每次1.0h,合并二次浸出液,过滤,滤液加水至2000ml,摇匀,离心(2000r/min 10min),取上清液,加水补充至2000ml,精确分成二份;一份采用三效蒸发工艺;一份采用薄膜闪蒸工艺,均将其各浓缩至100ml,再按文献<sup>[1]</sup>方法测定丹参原儿茶醛含量:前者为21.93mg/100ml,后者为24.28mg/100ml。

2.2 取柴胡,粉碎,称取20目粗粉100g,加水10倍量,于 $90^\circ\text{C}(\pm 5^\circ\text{C})$ 动态浸出二次,每次1.0h,合并二次浸出液,过滤,滤液加水至2000ml,摇匀,离心(2000r/min 10min),取上清液,加水补充至2000ml,精确分成二份,一份采用三效蒸发工艺;一份采用薄膜闪蒸工艺,均将其各浓缩至100ml,再按文献<sup>[2]</sup>方法测定柴胡皂苷a含量:前者139.47mg/100ml,后者165.03mg/100ml。

通过上述两项实验证明,薄膜闪蒸组合浓缩工艺与传统三效浓缩工艺相比,其浸膏中有效成分含量分别提高10.72%和18.33%。由此可见浓缩液加热时间的长短对浸膏中有效成分含量确有明显影响。

## 3 薄膜闪蒸三效真空组合浓缩装备的使用

由于一次浓缩的加热蒸汽来自闪蒸器,所以开始使用时

须将闪蒸器浸出液贮罐内吸入适量浸出液,开启加热器蒸汽阀,控制夹套表压为 0.15MPa,启动柱塞泵,定量将浸出液压入闪蒸加热器(I)中,方可开启升膜进料阀进行蒸发,并视蒸发浓缩速度,定时将降膜蒸发器浓缩液贮罐的浓缩液,放入闪蒸器浸出液贮罐,使蒸发浓缩能连续进行。该设备可根据浸出液浓度和蒸发浓缩的要求,适当调节升膜进料阀,使降膜排出的浓缩液符合闪蒸器的要求,然后仔细调节流量阀,使泄压咀喷出的浸出液呈雾滴状,于-0.08—-0.09MPa真空压力下蒸发。也可根据工艺要求适当调节柱塞泵进料量和调换泄压喷咀,即可以制出含水量为 5%的柱状多孔性干燥浸膏。

其次该设备产生的二、三次蒸汽凝水,在同品种浸膏生产中可重复使用。将这种软化水作为浸出溶媒的浸出效果,肯定不同于直接使用含有大量矿物质的自来水,这无疑又是

一个有益之处。曾经有资料报道:称自来水中矿物质含量平均为万分之五。用这类水作为浸出溶媒,按每吨药材溶媒用量 20 倍计,则此产品中将由水中带入 10kg 左右的杂质,这不得不引起我们有关人员的重视。

#### 参考文献

- 1 陈玉昆. 中药提取生产工艺学[M]. 沈阳出版社, 1992, 260.
- 2 李有润, 郑青. 中草药提取过程的数学模拟与优化[J]. 中草药, 1997, 28(7); 399.
- 3 张玲, 徐本明, 徐新刚等. 柴胡提取工艺研究[J]. 中成药 1997, 19(8); 1.
- 4 刘重芳, 张钰泉, 戴居云等. 丹参不同提取工艺比较[J]. 中成药, 1999, 21(8); 385.

收稿日期: 2002-07-20