

· 中药工业 ·

## 星点效应面法优化机械化炮制鸡内金工艺研究

汪岩<sup>1\*</sup>, 翟延君<sup>2</sup>, 王月珍<sup>1</sup>, 马千里<sup>1</sup>

(1. 长春医学高等专科学校, 吉林 长春 130031; 2. 辽宁中医药大学药学院, 辽宁 大连 116600)

**[摘要]** 目的: 采用星点效应面法, 优选机械化炮制鸡内金最佳工艺。方法: 将翻炒速度、炒制温度、炒制时间3个因素设为自变量, 将可溶性蛋白的提取率设为因变量, 利用星点效应面 Central Composite Design 设计模型确定机械化炮制鸡内金的最佳工艺。结果: 机械化炮制鸡内金的最佳工艺为炒制时间 120 s, 炒制温度 215 ℃, 翻炒速度 60 r·min<sup>-1</sup>。结论: 与传统炮制方法比, 机械化炮制工艺提高了成品鸡内金的外在品相与内在可溶性蛋白的提取率, 为中药的现代化炮制提供一定的理论支撑。

**[关键词]** 鸡内金; 机械化; 星点设计-效应面法; 可溶性蛋白

### Optimization of Mechanization Processing Technology of *Gallus gallus domesticus* by Central Composite Design Surface Methodology

WANG Yan<sup>1\*</sup>, ZHAI Yanjun<sup>2</sup>, WANG Yuezhen<sup>1</sup>, MA Qianli<sup>1</sup>

(1. Changchun Medical Collage Jilin Changchun 130031, China;

2. Liaoning University of Traditional Chinese Medicine Dalian 116600, China)

**[Abstract]** **Objective:** To investigate the best mechanization processing technology of *Gallus gallus domesticus* by Central Composite Design surface methodology. **Methods:** With the time, frying temperature and stir-frying speed as experimental design factors, the mass fraction of soluble protein as the dependent variable, the mechanization processing technology of *G. gallus domesticus* was optimized by CCD-response Surface Methodology. **Results:** Optimal mechanization processing technology was as follows: frying time 120s, frying temperature 215 ℃, stir-frying speed 60 r·min<sup>-1</sup>. **Conclusion:** These mechanization processed *G. gallus domesticus* had uniform color and foam muster, the content of soluble protein was significantly higher than that with traditional processing. It can provide theoretical support for mechanized frying production of Chinese materia medica.

**[Keywords]** *Gallus gallus domesticus*; mechanization; CCD; soluble protein

doi:10.13313/j.issn.1673-4890.2017.4.019

鸡内金为助消化药, 有健脾消食、通淋化石、涩精止遗的作用, 常用于呕吐泻痢、小儿疳积、食积不消等症<sup>[1]</sup>, 因其疗效显著, 副作用小而被广泛应用于消食药, 特别是儿科用药。生品鸡内金一般呈角质样且不易被粉碎, 故有效成分难于被煎出, 所以临床上一般多用炒制之后的鸡内金入药。鸡内金的炒法分为清炒法和砂烫法, 因鸡内金为不规则卷片状, 清炒时往往炒制不彻底, 出现炒制不及或是太过现象, 所以一般多采用砂烫法炒制。砂烫法炒制的鸡内金比清炒法鸡内金质地更加酥脆, 更易煎出有效成分。实验研究表明, 砂烫法炒制鸡内金的可溶性蛋白质含量与总氨基酸提取量比清炒法还

要高<sup>[2]</sup>。目前, 鸡内金的砂烫炒制以人工为主, 常因翻炒不均等人为因素导致僵片、炒焦和炭化现象<sup>[3]</sup>。且鸡内金中主含胃蛋白酶、淀粉酶和氨基酸等成分, 对炒制温度的要求极为严格, 温度过高会影响酶的活性, 进而影响临床入药效果。本研究从炮制设备入手, 搭建鸡内金的机械化炒制设备, 从而解决人为因素的干扰。经过前期实验研究<sup>[4]</sup>, 确认了所搭建的设备的可行性, 现通过星点设计-效应面法建立鸡内金机械化炒制模型, 以可溶性蛋白<sup>[5]</sup>为评价指标来优化炒制工艺, 最终建立机械化炒制鸡内金工艺规范。此工艺的建立既规避了人为因素的干扰, 又可保证鸡内金炮制品质量的稳定, 为中

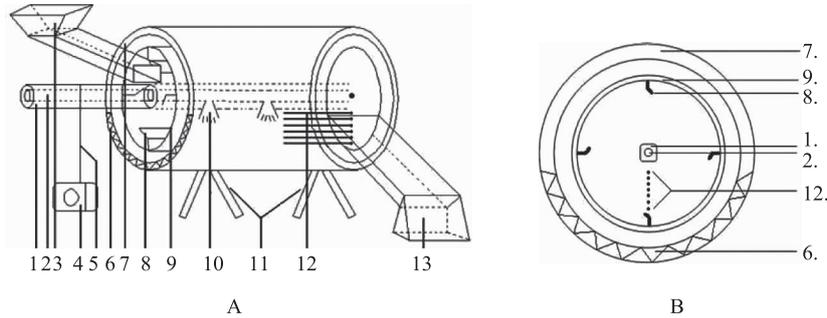
\* [通信作者] 汪岩, 助教, 研究方向: 中药鉴定与质量控制; E-mail: lnzywy@126.com

药炮制的规范化、现代化提供一定的依据。

## 1 材料

### 1.1 自制炒制设备

自制炒制设备结构见图1, 现已成功申请专利



注: A. 滚动床全面观; B. 滚筒侧面观; 1. 转轴; 2. 输液管; 3. 进料口; 4. 电机; 5. 传动带; 6. 加热装置; 7. 外筒; 8. 内置挡板(可拆卸); 9. 内筒; 10. 喷洒装置; 11. 支架; 12. 测温热电偶; 13. 卸料口。

图1 自制滚动床示意图

### 1.2 其他仪器及材料

HH-4型水浴锅(上海蓝凯仪器仪表有限公司); UV-1990型紫外-可见分光光度计(上海让奇仪器科技有限公司); TG16G型离心机(盐城市凯特实验仪器有限公司); 鸡内金[北京同仁堂(亳州)饮片有限责任公司, 批号: 001006133]; 其他化学试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 炒制设备结构优化

根据文献<sup>[6-7]</sup>及前期研究<sup>[8]</sup>结果, 以所填充物料的物质层整体温差 $R(R = T_{\max} - T_{\min})$ 为检验条件。不同挡板大小、不同挡板类型和不同挡板数量条件下, 物质层整体温差见图2。

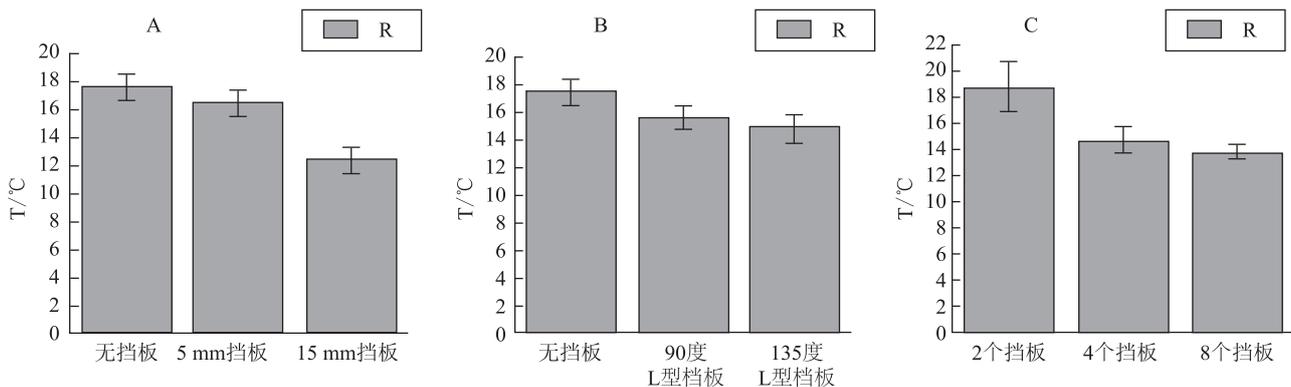


图2 不同挡板大小、类型和数量下温差的变化( $\bar{x} \pm s$ )

(专利号: 2012205396961)。设备材质为316不锈钢, 内置“1”型(5、15 mm)、“L”型(90°L、135°L)挡板, 挡板可拆卸与安装, 便于进行条件考察。滚筒侧面装入温度传感器, 可以随时检测滚筒内部不同水平面的温度变化。

采用SPSS16.0对上述结果进行统计分析, 结果表明, 挡板大小、类型和数量的 $P$ 均小于0.01, 差异具有统计学意义。结合炮制实际操作及对物料热量的要求, 最终确定自制炒制设备结构: 内置8个90°“L”型挡板, 物料填充率为 $f = 30\%$ 。

### 2.2 单因素试验

分别选取炒制时间(60、90、120 s)、炒制温度(195、205、215 °C)、翻炒速度(30、50、70  $\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$ )为考察因素, 保证其余条件不变, 观察单一因素对鸡内金炮制的影响。以可溶性蛋白质<sup>[9]</sup>含量为检测指标, 测得含量分别为1.44%、1.65%、1.88%、1.19%、1.54%、1.74%、1.39%、1.64%、1.57%<sup>[4]</sup>。说明3个因素均为影响指标成分的主要因素。

### 2.3 星点设计-效应面法优选

根据课题组的前期实验结果,以可溶性蛋白为评价指标来优化炒制工艺,建立鸡内金机械化炒制工艺规范。影响评价指标的主要因素:炒制时间、炒制温度、翻炒速度。炒制过程中的物料比均设定为10:500( $\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )。由于炒制次数为非连续变量,在回归处理时比较困难,故选取炒制3次进行设计。以主要影响因素为自变量,可溶性蛋白提取率为因变量,每个因素设计5个水平,分别为:  $-\alpha$ ,  $-1$ ,  $0$ ,  $1$ ,  $\alpha$ , 其中  $\alpha = 1.628$ 。采用 Central Composite Design 设计方法,因素水平见表1。星点设计及结果见表2。

表1 鸡内金机械化炒制工艺星点试验因素水平

水平	A 炒制时间/s	B 炒制温度/ $^{\circ}\text{C}$	C 翻炒速度/ $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$
-1.628	40	195.0	20
-1	60	200.0	30
0	90	207.5	45
1	120	215.0	60
1.628	140	220.0	70

表2 鸡内金机械化炒制工艺星点试验安排

No.	A	B	C	可溶性蛋白提取率(%)
1	-1	-1	1	1.85
2	-1	1	-1	1.96
3	0	0	-1.682	1.83
4	0	0	1.682	1.85
5	1	1	-1	2.09
6	-1.682	0	0	1.83
7	1	1	1	2.14
8	0	-1.682	0	1.88
9	0	1.682	0	1.98
10	1	-1	1	2.00
11	-1	1	1	1.95
12	1.682	0	0	2.07
13	-1	-1	-1	1.86
14	1	-1	-1	1.99
15~20	0	0	0	1.89

运用 Design-Expert. 8.05 软件将表2的数据进行响应面分析,以鸡内金可溶性蛋白提取率( $Y$ )为响应值,分别对炒制时间、炒制温度、翻炒速度各因素进行多元线性回归二项式方程拟合,拟合模型为: $Y = 1.89 + 0.073A + 0.045B + 0.0054C + 0.005AB + 0.010AC + 0.005BC + 0.034A^2 + 0.027B^2 - 0.0047C^2$  ( $r = 0.8682$ ),对模型采用  $F$  检验进行方差分析,结果见表3。

表3 可溶性蛋白提取率星点设计  $F$  检验方差分析

方差来源	SS	$f$	MS	$F$	$P$
模型	0.13000	9	0.01400	7.32	0.0023
A	0.07400	1	0.07400	37.65	0.0001
B	0.02700	1	0.02700	13.83	0.0040
C	0.00040	1	0.00040	0.20	0.6622
AB	0.00020	1	0.00020	0.10	0.7559
AC	0.00080	1	0.00080	0.41	0.5371
BC	0.00020	1	0.00020	0.10	0.7559
$A^2$	0.01700	1	0.01700	8.61	0.0149
$B^2$	0.01100	1	0.01100	5.42	0.0423
$C^2$	0.00030	1	0.00030	0.16	0.6961
残差	0.02000	10	0.00200		
失拟项	0.01900	5	0.003900	57.77	0.0002
误差	0.00033	5	0.000067		
总离差	0.15000	19			

根据表3的线性项、二次项及交互项数据,对鸡内金可溶性蛋白提取率影响的结果进行分析,其中线性项炒制时间( $P = 0.0001$ )、炒制温度( $P = 0.0040$ )及其两者的二项式对模型均具有显著作用( $P < 0.05$ )。翻炒速度及其二项式和所有因素之间的交互作用均不显著( $P > 0.05$ )。所以所选取的因素对可溶性蛋白提取率的影响为:  $A > B > C$ ,即炒制时间对提取率的影响最为显著,其次为炒制温度,翻炒速度对提取率的影响不显著。可溶性蛋白提取率与各因素之间关系见图3。

运用 Design-Expert. 8.05 软件对二项式回归模型进行预测分析,得到机械化炒制鸡内金最佳提取工艺:炒制时间120 s、炒制温度215  $^{\circ}\text{C}$ 、翻炒速度60  $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ ,此时预测得到可溶性蛋白的提取率为2.09%。按所得到的最佳工艺进行3次验证性试验,结果显示,可溶性蛋白的提取率平均值为2.04%,与预测值的偏差为0.05%,效果较好。但考虑实际的操作性,建议对影响因素无显著性差异的翻炒速度进行合理控制,以达到节能环保、减少设备损耗、延长设备使用寿命的目的。

### 2.4 炮制工艺比较

选取同一批次大小均匀生品鸡内金分成6等份,3份采用新优化的机械化炒制工艺,剩余3份采用传统方法炒制<sup>[2]</sup>。对炒制的两种药材成品进行性状观察,机械化炒制的鸡内金无僵化或是焦片情况出现,且成品鸡内金颜色金黄,发泡鼓起均匀,质地酥脆;传统炒制法出现僵化与焦片现象,发泡鼓起

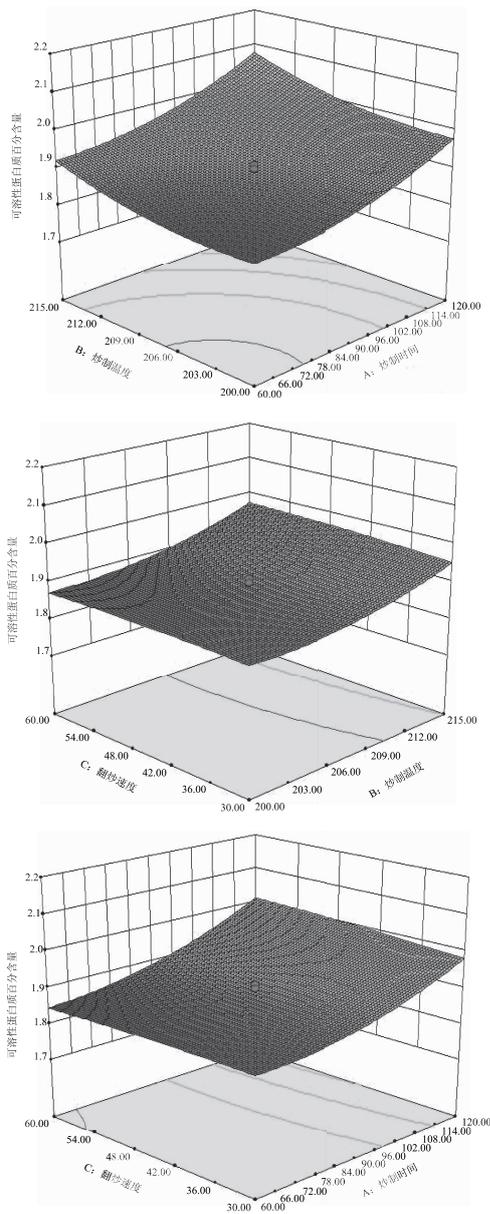


图3 各因素对鸡内金可溶性蛋白提取率的影响

不均匀,表面颜色不均。两种炒制方法测得可溶性蛋白的平均提取率分别为2.04%与1.88%,说明新的机械化炒制工艺方法要明显优于传统方法。

### 3 讨论

星点效应面法的非线性模型比正交试验线性模型设计更能充分考虑各因素之间的交互作用,在选择最佳工艺条件时,该方法比正交试验更简化、更全面,并更好地适用于多因素、多水平的试验,同时还能够对未做过的实验进行预测,来确定各因素范围。

实验结果显示,新建立的工艺炒制的鸡内金药

材外观与传统方式炒制的药材相比得到了很大的改善,色泽更加均一,发泡鼓起更加均匀,质地更加酥脆,同时新的工艺炒制的药材在炒焦和炒炭的比例上要较传统方法大为降低,使炒制药材的成品比例明显提高。

经实验测定,新工艺炒制的鸡内金可溶性蛋白含量也均保持在2%以上,且重现性较好。使得机械化炒制鸡内金在内在质量方面与传统炒制方法相比也有明显的进步与提升。

鸡内金机械化炒制工艺的建立对于解放人力劳动,推动传统中药炮制向着机械化、规范化生产的迈进具有重要理论和现实意义,也为其他传统的炮制方法的改革创新提供一个很好的理论支撑。

对于机械化炒制鸡内金最佳炮制工艺的研究和内在质量评价标准的研究,我们还将继续深入。通过研究的不断完善,相信对于那些炮制方法传统、设备落后的中药材的炮制可以起到一个很好的借鉴作用。

### 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,2015.
- [2] 柳琪,张丽华,南云生. 鸡内金不同炮制品蛋白质、氨基酸煎出比较[J]. 齐鲁中医药情报,1992,6(1):8-9.
- [3] 许峰. 鸡内金的炮制[J]. 时珍国医国药,2004,15(11):763.
- [4] 汪岩,翟延君,吕国军,等. 鸡内金机械化炮制工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志,2013,19(4):65-67.
- [5] 刘其凤,任慧霞. 鸡内金蛋白质类成分的提取与测定[J]. 华西药学杂志,2004,19(4):281-282.
- [6] Bodhisattwa Chaudhuri, Fernando J Muzzio, M Silvana Tomassone. Experimentally validated computations of heat transfer in granular materials in rotary calciners[J]. Powder Technology,2010,198(1):6-15.
- [7] Dennis R Van Puyvelde. Modelling the hold up of lifters in rotary dryers [J]. Chemical Engineering Research and Design,2009,87(2):226-232.
- [8] 汪岩,翟延君,马小军,等. 自制炒制滚动床内物料颗粒传热因素考察及对中药炮制的影响[J]. 中国民族民间医药,2013,22(10):26-30.
- [9] 金伶佳,贾天柱. 砂烫鸡内金的最佳炮制工艺研究[J]. 辽宁中医杂志,2011,38(2):330.

(收稿日期 2016-06-13)