

DOI: 10.13652/j.spjx.1003.5788.2023.80940

加工方式对结晶山梨糖醇粉体特性的影响

于善凯¹ 晏永球^{2,3,4} 郁新弟¹ 孙 艺^{2,3} 陶 刚¹ 贾福怀^{1,2,3}

(1. 浙江大医德美生物科技有限公司, 浙江 宁波 315153; 2. 宁波御坊堂生物科技有限公司, 浙江 宁波 315012;
3. 御坊堂天然健康产品重点农业企业研究院, 浙江 宁波 315012;
4. 宁波御益生物科技有限公司, 浙江 宁波 315012)

摘要: [目的] 改善山梨糖醇流动性, 以用作直接压片原料。[方法] 对 XTAB290 型结晶山梨糖醇进行筛分, 并对 50 目以下颗粒进行沸腾制粒或湿法制粒, 以激光粒度仪、智能粉体测试仪分别测定不同加工处理颗粒的粒径分布和流动性。[结果] 经处理后颗粒流动性均较好, 可满足直接压片的要求。其中, 筛分后的山梨糖醇粒径 50 目以上颗粒流动性指数显著提高, 可满足直接压片的要求。50 目以下颗粒经沸腾制粒或湿法制粒后, 流动性指数明显改善, 亦可满足直接压片的要求, 二者粉体特征及其流动性差异较小。处理后的山梨糖醇颗粒流动性指数分别为 89, 83, 87。[结论] 山梨糖醇 XTAB290 经筛分后的 50 目以上颗粒、50 目以下经沸腾制粒或湿法制粒后, 颗粒流动性均较好, 可满足直接压片的要求。

关键词: 结晶; 山梨糖醇; 筛分; 制粒; 粉体学; 流动性

The effect of processing mode on the characteristics of crystalline sorbitol powder

YU Shankai¹ YAN Yongqiu^{2,3,4} YU Xindi¹ SUN Yi^{2,3} TAO Gang¹ JIA Fuhuai^{1,2,3}

(1. Zhejiang Da Yi De Mei Biological Science and Technology Co., Ltd., Ningbo, Zhejiang 315153, China; 2. Ningbo Yufangtang Biological Science and Technology Co., Ltd., Ningbo, Zhejiang 315012, China; 3. Yufangtang Key Agricultural Enterprise Research Institute of Natural Health Products, Ningbo, Zhejiang 315012, China; 4. Ningbo Yu Yi Biological Science and Technology Co., Ltd., Ningbo, Zhejiang 315012, China)

Abstract: [Objective] This study aimed to improve the fluidity of sorbitol to be used as a raw material for direct tablet pressing. [Methods] XTAB290 crystalline sorbitol was sieved, and particles smaller than 50 mesh were further processed by fluidized bed granulation or wet granulation. The particle size distribution and fluidity of sorbitol were determined using a laser particle size analyzer and an intelligent micromeritics properties tester, respectively. [Results] The results showed that the flowability of the particles treated by all methods was good enough to meet the requirements for direct compression. Specifically, the sieving treatment significantly improved the flowability index of sorbitol particles with a particle size of 50 mesh or larger, which met the requirements for direct compression. Fluidized bed granulation or wet granulation further improved the flowability index of particles smaller than 50 mesh, which also met the requirements for direct compression. The differences in micromeritics and flowability between the two methods were relatively small. [Conclusion] The fluidity of sorbitol XTAB290 particles with more than 50 mesh after screening, and particles with less than 50 mesh after boiling or wet granulation is good, which can meet the requirements of direct tablet pressing.

Keywords: crystalline; sorbitol; sieving; granulation; micromeritics; flowability

山梨糖醇容易吸潮, 且常有清凉感, 因此又被称为清凉茶醇。由于分子中含有 O—H 自由电子对, 山梨糖醇具有低卡路里值, O—H 基团失去一对自由电子称为山梨醇转换, 这种转换能够稳定及降低小鼠体内的血糖水平^[1]。

基金项目: 宁波市公益类科技计划项目(编号: 2021S001)

通信作者: 于善凯(1975—), 男, 宁波御坊堂生物科技有限公司高级工程师, 硕士。E-mail: 2547341077@qq.com

收稿日期: 2023-09-20 **改回日期:** 2024-04-10

山梨糖醇是一种无味的几乎无色的粉末,可用作保湿剂、增塑剂、甜味剂、片剂和胶囊稀释剂,常被用作湿法造粒或干压药品和食品中的咀嚼片稀释剂^[2-9]。

固体山梨糖醇产品形态主要有针状结晶或结晶性粉末、薄片或颗粒^[10]。相对来说,结晶山梨糖醇的颗粒多呈正态分布,其流动性和可压性均比较好,所压出的片剂硬度也较大,颗粒大小对直接压片影响较大,但现有研究缺少详尽的数据比较分析和相对直观的结果展现^[11-12]。近年来,激光粒度分析仪、流动性测定仪已成为常用的物料流动性评价手段,其结果可以用作物料判断直压性能的重要参考。课题组^[13]曾比较了3种国产结晶山梨糖醇产品的粒度分布、流动性特征,其型号分别为XTAB290、P60、P20/P60。其中仅XTAB290型山梨糖醇的流动性相对较差,不宜直接作为直压产品的辅料。目前,常见的制粒方法包括破碎制粒、熔融制粒、挤压制粒、团聚制粒、挤出制粒和一步制粒等,上述方法的机理、适用范围、颗粒形态及优缺点各有不同^[14],而食品工业中较常用的有挤出造粒法(如湿法制粒等)、一步制粒法(沸腾制粒)等。研究拟在不引入其他成分的前提下,结合常用生产设备条件并综合考虑成本、操作方便性等因素,对XTAB290型结晶山梨糖醇进行筛分、制粒等处理,通过比较其处理前后的粉体特性、流动性变化,探索产品性状的低成本改良路径,为其扩大使用范围提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

山梨糖醇:XTAB290型,551790批,罗盖特(中国)精细化工有限公司。

1.1.2 主要仪器设备

沸腾制粒机:FL-3型,江苏常州钱江干燥设备工程有限公司;

激光粒度分布仪:BT-9300LD型,辽宁丹东百特仪器有限公司;

智能粉体特性测试仪:BT-1001型,辽宁丹东百特仪器有限公司;

干法分散进样系统:BT-901型,辽宁丹东百特仪器有限公司;

电子天平:ME3002E型,梅特勒—托利多仪器(上海)有限公司;

标准筛:16,18,50目筛,浙江绍兴市上虞舜龙实验仪器厂。

1.2 试验方法

1.2.1 筛分 将山梨糖醇手工过50目筛,不能通过筛网的直接测定粉体特性。

1.2.2 制粒 取能通过50目筛网的山梨糖醇进行制粒。

(1)湿法制粒:取山梨糖醇粉1 000 g,加水50 g,高速

剪切,搅拌均匀,软材过16目筛,60℃烘干2 h。分别过50,18目筛,取能通过18目筛而不能过50目筛部分。

(2)沸腾制粒:取山梨糖醇粉1 000 g,置于沸腾制粒机流化床中制粒,10%山梨糖醇液作为黏合剂,风机频率25~40 Hz,进风温度75~85℃,出风温度35~40℃,喷枪压力0.3 MPa,进料速度7.5 g/min,黏合剂用量280 g。调低风机频率至25 Hz,75℃热风烘干15 min。分别过50,18目筛,取能通过18目筛而不能过50目筛部分。

1.2.3 粉体特性测定

(1)样品命名:分别对各个样品进行编号。其中,山梨糖醇原粉不能通过50目筛网的颗粒编号为S1,能通过50目筛网的颗粒编号为S2,S2经沸腾制粒的颗粒编号为S3,S2经湿法制粒的颗粒编号为S4。

(2)粒径分布:开启激光粒度分布仪、干法分散进样系统、空压机电源,打开操作系统软件,先进行背景校准,确定光路正常。测定参数:光学模式为Mie,分布类型为体积分布,分散媒介为空气。取适量待测样品置于粒径测定仪的进样器漏斗中,点击铺平按钮,待样品铺平后,开启进样,使遮光率达到5%~10%,仪器自动测定待测样品粉体粒径,并对结果进行分析。

1.2.4 流动性测定 粉体测试结束后,根据GB/T 31057.3测定山梨糖醇样品的流动性。

(1)休止角、崩溃角:按照操作软件图示,依次安装好测量装置。取适量待测样品,置于智能粉体特性测试仪进料口筛网上,开启自动进料,颗粒自动洒落于下方的圆形平台上,并逐渐堆积成不断增高的锥体,待锥体高度不再增加时,停止进料。点击测定按钮,同时测出休止角和崩溃角,平行操作3次取平均值,并计算休止角和崩溃角的差角,点击保存。

(2)平板角:按照操作软件图示,依次安装好测试装置,手动加料,结束后点击测定,平行操作3次取平均值,仪器自动计算出平板角,点击保存。

(3)松装密度:先称量空金属杯质量。取样品适量,置于智能粉体特性测试仪进料口筛网上,开启自动进料,样品颗粒均匀洒落于金属杯中,待样品填满杯中后停止进料,以刮板刮平金属杯中物料顶部,称量满杯质量,计算出松装密度,点击保存。

(4)振实密度:将硅胶套于金属杯上,继续填入约2/3硅胶套高度的样品,盖好硅胶盖,固定至仪器底座上,开启振动,结束后取下硅胶套,以刮板轻轻刮平物料顶部,称质量满杯质量,计算振实密度,点击保存。

(5)均匀度:依次输入粒径测定所得的 D_{60} 、 D_{10} 数值,点击计算按键,操作软件自动算出二者比值,所得结果为均匀度,点击保存。

(6)流动性指数:点击流动性计算按键,操作软件自动计算出流动性指数。

1.2.5 数据分析 采用Excel、IBM SPSS Statistics 26软

件进行数据统计和方差分析,邓肯法进行差异性分析,采用 SigmaPlot 14.0 软件作图。

2 结果与分析

2.1 对山梨糖醇粒径分布的影响

通常情况下,颗粒的粒径较大,同时粒径分布也较集中,其流动性较好^[15-17]。图 1~图 4 为样品的粒度频率分布曲线和筛下累积分布曲线,频率分布基于粒度的频率值,表示各个粒径的粒子占全部颗粒的百分含量,筛下累积分布曲线则是某一粒度的累积值,二者均能从不同角度反映该样品的粒度分布特征。累积分布表示小于或大于某一粒径的粒子占全部颗粒的百分含量,是频率分布的积分形式,粒径从小到大进行累积为筛下累积,从大到小进行累积为筛上累积^[18]。由图 1~图 4 可知,4 种山梨糖醇测试样品中,S1 图形及曲线更陡峭,说明其粒径分布最集中。由表 1 可知,S1 相对粒径最大,其粒径分布主要集中在 194.5~632.2 μm ,各部分粒径明显大于其余 3 个样品,而山梨糖醇 S2、S3、S4 粒径分布情况较相似,其粒径分布主要集中在 107.3~597.4 μm ,说明 50 目筛可集中筛选出较大颗粒。由图 5~图 7 可知,山梨糖醇样品中 S2、S3、S4 大小颗粒的粒径分布特征均比较相似,而 S1 与三者则有较明显的差异。

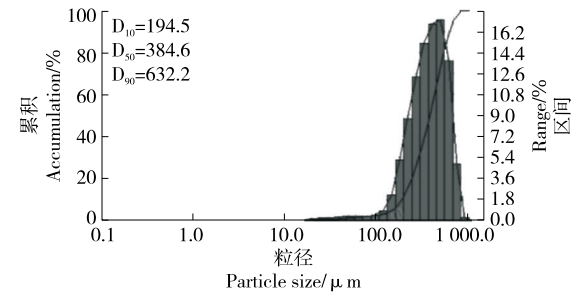


图 1 S1 粒径分布

Figure 1 Particle size distribution of S1

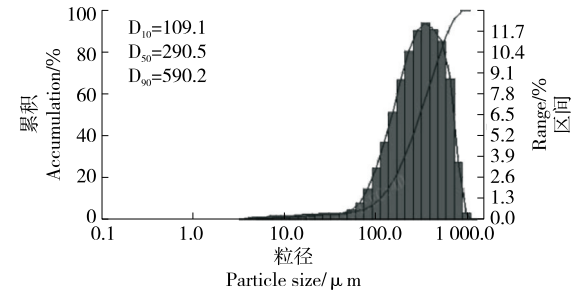


图 2 S2 粒径分布

Figure 2 Particle size distribution of S2

2.2 对山梨糖醇流动性的影响

休止角对粉体的流动性影响最大,休止角越小,粉体的流动性越好。由表 2 可知,4 种山梨糖醇样品休止角均

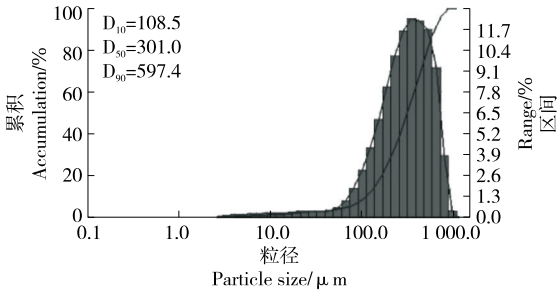


图 3 S3 粒径分布

Figure 3 Particle size distribution of S3

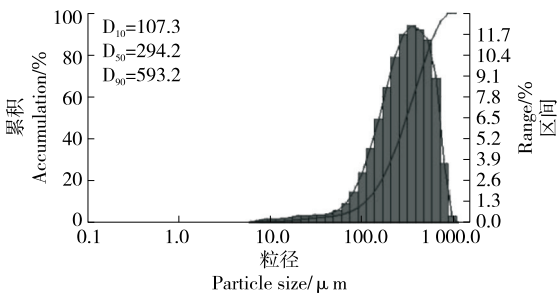


图 4 S4 粒径分布

Figure 4 Particle size distribution of S4

表 1 不同处理山梨糖醇粒度分布

Table 1 Sorbitol particle size distribution in different treatments μm

样品	D ₁₀	D ₂₅	D ₆₀	D ₉₀
S1	194.5	270.7	434.4	632.2
S2	109.1	179.0	344.5	590.2
S3	108.5	184.4	356.0	597.4
S4	107.3	180.2	348.9	593.2

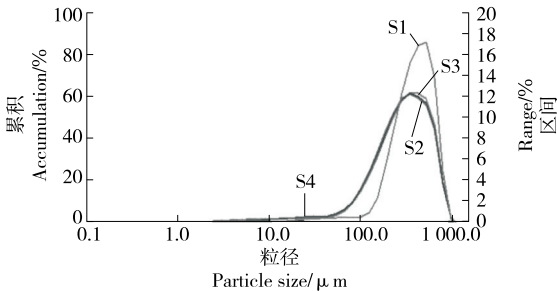


图 5 不同山梨糖醇样品粒径分布的频率曲线比较

Figure 5 Comparison of frequency curve of different sorbitol samples

$<40^\circ$ 。经 SPSS 软件单变量分析,4 个样品的休止角、崩溃角、平板角整体残差均满足均值为 0 的正态分布,ANOVA 检验显著性 P 值 <0.05 ,说明不同样品的各角度数值均存在显著差异。经邓肯法进一步差异性分析,S1

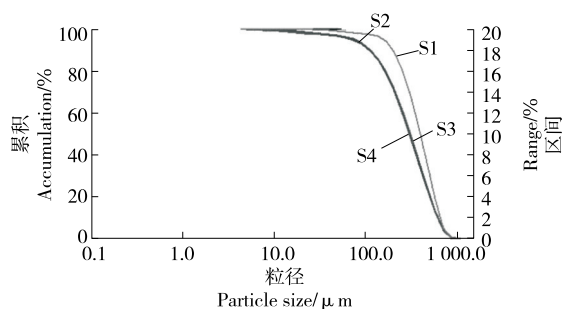


图6 不同山梨糖醇样品粒径分布的筛上曲线比较

Figure 6 Comparison of the cumulative oversize distribution curve of different sorbitol samples

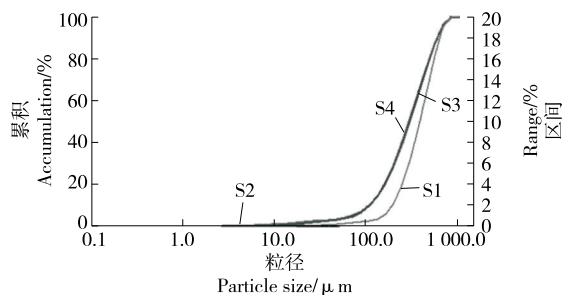


图7 不同山梨糖醇样品粒径分布的筛下曲线比较

Figure 7 Comparison of the cumulative undersize distribution curve of different sorbitol samples

休止角与其余3个样品有显著差异, S1崩溃角、平板角与S2、S3有显著差异。S2、S3、S4之间的平板角无显著差异。智能粉体特性测试给出的4个样品流动性评价分别为较好、良好、良好和良好。根据智能粉体特性测试仪说明书, 流动性指数 <80 时, 需要施以振动等措施以预防起拱现象的发生。

由表3可知, S3样品的流动性指数最小且 <80 , 需进一步处理以改善其流动性, 即XTAB290型山梨糖醇50目以下颗粒不适于直接压片, 而通过制粒能明显改善其粒径分布, 提升其流动性。

休止角、崩溃角、平板角、差角(休止角与崩溃角二者差值)越小则物料流动性越好。由表3可知, XTAB290型

表2 不同处理山梨糖醇的流动性[†]Table 2 Mobility of sorbitol in different treatments ($n=3$) (°)

样品	休止角	崩溃角	平板角
S1	32.82±3.02 ^b	26.13±0.22 ^a	31.21±0.71 ^c
S2	38.89±0.54 ^a	24.77±0.67 ^{bc}	37.06±0.72 ^a
S3	38.43±0.53 ^a	24.32±0.68 ^c	35.45±1.55 ^{ab}
S4	37.41±1.98 ^a	25.63±0.68 ^{ab}	33.07±1.74 ^{bc}

[†] 同列字母不同表示差异显著($P<0.05$)。

表3 不同处理山梨糖醇的流动性指数

Table 3 Mobility index of sorbitol in different treatments

样品	松装密度/ ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	振实密度/ ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	压缩度/ %	均齐度	流动性 指数
S1	0.69	0.76	9.0	2.23	89.0
S2	0.54	0.65	17.0	3.16	79.0
S3	0.61	0.70	13.0	3.28	83.0
S4	0.68	0.72	6.0	3.25	87.0

山梨糖醇50目以上颗粒(S1)流动性明显最优, S3、S4流动性较S2均有提升, 其中S4流动性已接近于S1, 且均可满足直接压片的要求, 说明该处理方式可行性较高。实际应用时, 可以根据其他物料的粉体特性, 选择不同处理物料与之搭配, 也可根据物料、成品特点选择其他目数筛网进一步筛分, 使所有物料得到充分利用, 避免浪费, 又可以兼顾能耗、工时等其他成本。

3 结论

研究采用山梨糖醇湿法制粒(一种挤出造粒法)和沸腾制粒(一步制粒法)方法对XTAB290型结晶山梨糖醇颗粒进行制粒。结果表明, 通过单独筛分、制粒等简单处理, 可以明显改善原本不适宜作为直压主要辅料的结晶山梨糖醇颗粒粉体性状, 提高其流动性, 从而扩大其适用范围。后续通过优化制粒工艺参数可以进一步提高物料流动性, 而有关其他制粒方法的适用性有待进一步探索。

参考文献

- [1] SUPENO M, PRATAMA A. The role of atom shadow on sorbitol molecules to heal diabetic diseases[J]. Oriental Journal of Chemistry: An International Research Journal of Pure & Applied Chemistry, 2021(6): 37.
- [2] 陈娟, 李颖, 朱永军, 等. 山梨糖醇的性质及其在食品中的应用研究进展[J]. 粮食与油脂, 2018, 31(8): 7-9.
CHEN J, LI Y, ZHU Y J, et al. Properties of sorbitol and research progress of its application in food[J]. Cereals & Oils, 2018, 31(8): 7-9.
- [3] 卢星池, 邓放明, 肖茜. 干燥条件和增塑剂对海藻酸钠-羧甲基纤维素钠膜阻隔性能的影响[J]. 食品与机械, 2014, 30(6): 102-107.
LU X C, DENG F M, XIAO Q. Effects of drying condition and plasticizers on barrier properties of alginate-CMC blends film[J]. Food & Machinery, 2014, 30(6): 102-107.
- [4] 吴锦源, 梁梓健, 李生花, 符树勇, 杨文安, 高向阳. 5种功能性甜味剂对莲蓉馅料品质的影响[J]. 食品科学, 2023, 44(8): 62-70.
WU J Y, LIANG Z J, LI S H, et al. Effect of five functional sweeteners on the quality of lotus paste filling[J]. Food Science, 2023, 44(8): 62-70.
- [5] 左齐乐, 张文瑶, 杨武龙, 等. 糖醇类甜味剂的甜味与副味影

- 响因素研究[J]. 食品与生物技术学报, 2023, 42(3): 20-29.
- ZUO Q L, ZHANG W Y, YANG W L, et al. Study on factors of sweetness and side taste of sugar alcohol sweetener[J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2023, 42(3): 20-29.
- [6] 胡筱波, 陈文飞, 顾泽茂, 等. 抗冻剂对蒸煮小龙虾虾仁冻融后品质的影响[J]. 食品与机械, 2023, 39(1): 116-124, 151.
- HU X B, CHEN W F, GU Z M, et al. Effect of antifreeze on the quality of cooked crawfish tail meat after freeze-thawed[J]. Food & Machinery, 2023, 39(1): 116-124, 151.
- [7] 姜慧洁, 慎凯峰, 刘奇, 等. 微晶纤维素颗粒外加技术对铁皮石斛复方片崩解时间的影响[J]. 中成药, 2023, 45(12): 4 091-4 095.
- JIANG H J, SHEN K F, LIU Q, et al. Effect of external-added microcrystalline cellulose particles on the disintegration time of *Dendrobium officinale* compound tablets[J]. Chinese Traditional Plant Medicine, 2023, 45(12): 4 091-4 095.
- [8] 吴利苹, 黄燕巧, 王磊, 等. 多维牛磺酸咀嚼片的制备工艺及稳定性研究[J]. 中国食品添加剂, 2023, 34(4): 250-258.
- WU L P, HUANG Y Q, WANG L, et al. Preparation technology and stability of multi-dimensional taurine chewable tablets[J]. China Food Additives, 2023, 34(4): 250-258.
- [9] 刘琪龙, 韩海霞, 包晓玮, 等. 甜菜红素喷雾干燥粉抗氧化活性及其咀嚼片的研制[J]. 新疆农业科学, 2021, 58(6): 1 145-1 153.
- LIU Q L, HAN H X, BAO X W, et al. Study on antioxidant effect and preparation technology of chewable tablets of betacyanins spray-dried powder[J]. Xinjiang Agricultural Sciences, 2021, 58(6): 1 145-1 153.
- [10] NEWMAN A W, VITEZ I M, MUELLER R L, et al. Sorbitol [J]. Analytical Profiles of Drug Substances & Excipients, 1999, 26: 459-502.
- [11] 殷冬梅, 胡贵成. 赋形剂结晶山梨糖醇压片工艺探讨[J]. 河北化工, 2007, 30(7): 38-39.
- YIN D M, HU G C. Discussion on the tableting process of excipient crystalline sorbitol[J]. Coal and Chemical Industry, 2007, 30(7): 38-39.
- [12] 周日尤. 山梨糖醇直接压片的研究[J]. 广西轻工业, 2000(3): 15-16.
- ZHOU R Y. Research on direct tableting of sorbitol[J]. Guangxi Journal of Light Industry, 2000(3): 15-16.
- [13] 涂宏建, 于善凯, 贾福怀, 等. 不同型号结晶山梨糖醇的粉体特性对比研究[J]. 中国食品添加剂, 2020, 31(12): 52-56.
- TU H J, YU S K, JIA F H, et al. Investigation of micromeritics properties of different types of sorbitol[J]. China Food Additives, 2020, 31(12): 52-56.
- [14] 谢曙钊, 胥会祥, 区汉东, 等. 造粒方法及设备的研究进展[J]. 化工装备技术, 2022, 43(1): 10-14.
- XIE S Z, XU H X, OU H D, et al. Research progress of granulation methods and equipment[J]. Chemical Equipment Technology, 2022, 43(1): 10-14.
- [15] 刘珈羽, 郭换, 肖佳雯, 等. 不同粒径白及粉的粉体学性质及体外溶出度比较[J]. 中国实验方剂学杂志, 2018, 24(3): 25-29.
- LIU J Y, GUO H, XIAO J W, et al. Comparison of micromeritics properties and in vitro dissolution of Bletillae Rhizoma powder with different particle size[J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2018, 24(3): 25-29.
- [16] 黄梅华, 吴儒华, 何全光, 等. 不同粒径金花茶花粉体物理特性[J]. 食品科学, 2018, 39(3): 76-82.
- HUANG M H, WU R H, HE Q G, et al. Physical characteristics of Camellia chrysantha (Hu) Tuyama flower powder with different particle sizes[J]. Food Science, 2018, 39(3): 76-82.
- [17] 王阳, 颜才植, 叶发银, 等. 膳食纤维粉体流动性与其颗粒结构的关系[J]. 食品科学, 2018, 39(10): 84-88.
- WANG Y, YAN C Z, YE F Y, et al. Relationship between flowability and particle structure of dietary fiber powders[J]. Food Science, 2018, 39(10): 84-88.
- [18] 姜奉华, 陶珍东. 粉体制备原理与技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2019: 17-20.
- JIANG F H, TAO Z D. Principles and technology of powder preparation[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2019: 17-20.
-
- (上接第 119 页)
- [11] 李旭东, 李艳军, 曹愈远, 等. 基于 CNN-SVM 的飞机 EHA 故障诊断算法研究[J]. 西北工业大学学报, 2023, 41(1): 230-240.
- LI X D, LI Y J, CAO Y Y, et al. Study on fault diagnosis algorithms of EHA based on CNN-SVM[J]. Journal of Northwestern Polytechnical University, 2023, 41(1): 230-240.
- [12] 方明明, 刘静. 基于回归卷积神经网络的近红外光谱苹果脆片品质评价方法研究[J]. 食品科技, 2020, 45(7): 303-308.
- FANG M M, LIU J. Evaluation method of apple chips quality by near infrared spectroscopy based on regressive convolutional neural network[J]. Food Science and Technology, 2020, 45(7): 303-308.
- [13] 王浩云, 李晓凡, 李亦白, 等. 基于高光谱图像和 3D-CNN 的苹果多品质参数无损检测[J]. 南京农业大学学报, 2020, 43(1): 178-185.
- WANG H Y, LI X F, LI Y B, et al. Research on non-destructive detection of apple multi-quality parameters based on hyperspectral imaging technology and 3D-CNN[J]. Journal of Nanjing Agricultural University, 2020, 43(1): 178-185.
- [14] LIU Y, ZENG L, HUANG Y. An efficient HOG-ALBP feature for pedestrian detection[J]. Signal Image and Video Processing, 2014, 8(S1): 125-134.
- [15] VALAPPIL N K, MEMON Q A. CNN-SVM based vehicle detection for UAV platform[J]. International Journal of Hybrid Intelligent Systems, 2021, 17(1): 1-12.
- [16] XUE D X, ZHANG R, FENG H, et al. CNN-SVM for microvascular morphological type recognition with data augmentation[J]. Journal of Medical and Biological Engineering, 2016, 36(6): 755-764.