

采用振动磨制备中药微粉

秦志英, 彭伟, 赵月静, 周春福, 侯志强, 侯书军

(河北科技大学 机械电子工程学院, 河北 石家庄 050018)

摘要:采用振动磨对三七和水蛭两种中药材进行粉磨实验,研究振动磨工艺参数对粉磨效果的影响。结果表明:水蛭的粉磨效果很好,在短时间内就能达到所要求的微粉粒度;而三七的粉磨效果较差,粉磨时间长且存在无法磨细的中间颗粒。增大磨介填充率、减少物料填充量、减小入磨粒度、增加粉磨时间都可以有效降低最终中药微粉的粒度。

关键词: 振动磨; 中药; 微粉

中图分类号: O322, TB303 文献标志码: A

文章编号: 1008-5548(2010)04-0036-04

Preparation of Traditional Chinese Medicine Ultrafine Powder by Vibration Mill

Qin Zhiying, Peng Wei, Zhao Yuejing,
Zhou Chunfu, Hou Zhiqiang, Hou Shujun

(School of Mechanical and Electrical Engineering, Hebei University of Science and Technology, Shijiazhuang 050018, China)

Abstract: Two kinds of traditional Chinese medicine such as *panax notoginseng* and *hirudo* were used to grinding experiment by vibration mill. The effects of technical parameters of vibration mill on grinding efficiency were studied. The experimental results showed that *hirudo* was easily ground into ultrafine powder in a short time, but it needed a long time for *panax notoginseng* and there existed some un-ground particles. The particles might be smaller when more filled ball, few feed materials, smaller size of raw material and longer grinding time was used.

Key words: vibration mill; traditional Chinese medicine; ultrafine powder

中药微粉化后可改善中药粉末的质感和均匀性,增加药物的溶出度,提高药材的利用率^[1]。中药微粉的研究和应用将提高传统中药的临床应用能力,有利于中药制剂生产工艺的改进和药品质量的提高^[2]。但目前关于中药微粉的概念还缺乏明确的界定,关于中药微粉的粉碎技术及相关设备更是十分繁杂^[3]。

振动磨是广泛应用于非金属矿物超微粉碎的设

备,具有粉碎效率高、能量消耗低、对物料适应性强等特点^[4]。由于非金属矿物与植物性物料间物理和机械性能的差异,在利用振动磨对植物性物料进行超微粉碎时应采用的工艺参数必然发生改变。李成华等^[5]研究了振动磨粉碎黑木耳时应采用的工艺参数。由于中药材有其本身的特点,除了植物性药材外还有动物性药材,因此通过实验研究振动磨超微粉碎中药的工艺过程和参数,对实际应用具有指导意义。

1 实验

1.1 实验装置

采用自制的单筒振动研磨机,该磨机具有两个电机驱动,可以实现机体的上下振动,也可以实现机体的圆振动,每个电机功率为0.75 kW。磨筒容积为3.5 L,研磨介质采用钢球。采用透明的有机玻璃作端盖,以便在试验中观察磨介在磨筒截面内的运动轨迹。

1.2 实验原料

水蛭(*hirudo*,图1(a)),购买于石家庄市某药店,经河北中医学院鉴定为动物水蛭的干燥全体,个大,颜色深褐色,含水量少。三七(*panax notoginseng*,图1(b)),购于石家庄市某大药房,经河北中医学院鉴定为植物三七的干燥根,个大、体重、质坚,支根少,表面光滑,主要组分为淀粉。

1.3 实验流程

实验流程安排为:原料→分拣除杂→初粉碎→超细粉碎→筛分→收集产品。

分拣除杂:把原料一个一个捡出,除掉剩下的杂



(a)水蛭



(b)三七

图1 实验原料照片

Fig.2 Pictures of experimental materials

收稿日期:2009-07-08,修回日期:2009-09-21。

基金项目:河北省自然科学基金项目,编号:E2004000299。

第一作者简介:秦志英(1976-),女,博士,副教授,研究方向为非线性动力学。电话:13623314063,E-mail:qinzy76@163.com。

质及灰分。

初粉碎：主要通过锤击作用使物料破碎，并在颗粒内部产生微裂纹，以便于超细粉碎的进行。

超细粉碎：将初粉碎的原料输入振动磨中，通过连续致密的剪切力、挤压力、研磨力组成的复合力场的作用，使原料得以超细粉碎。

筛分：将振动磨中的物料研磨数分钟后倒出进行筛分，选出 23~38、>38~75、>75~180 μm 3 种物料，进行药效学对比研究。

收集产品：把筛分好的物料放入密封袋中。

先对中药原料用锤轻击，观察药物的脆性及硬度。由于动物类药水蛭的硬度小、脆性大，用锤轻击即能破碎，因此对水蛭不采取初粉碎就直接入磨。而植物类药三七用锤轻击达不到破碎效果，重击后虽能破碎但也发生了塑性变形，手感有黏性，说明三七硬度大，具有黏性，不易破碎，因此对三七采取初粉碎，然后再入磨研磨。

2 实验结果

2.1 粉磨实验

实验发现，水蛭的磨碎过程非常顺利，磨碎 5 min 就已经有 80% (质量分数，以下图) 的水蛭粉的粒度都小于 38 μm ，95% 的水蛭粉小于 75 μm 。而三七经初粉碎后的颗粒研磨一段时间后，硬度较小的物料已经变成超细粉，但总有一些块状颗粒即使磨掉了棱角也不能成为粉状，再经多次研磨也不能成为超细粉，称之为中间颗粒。三七的初粉碎颗粒及中间颗粒如图 2 所示。存在中间颗粒的原因，一是磨机的研磨力度不够；二是此剩余物为三七的核心部分，硬度太大且黏性强，不易研磨。

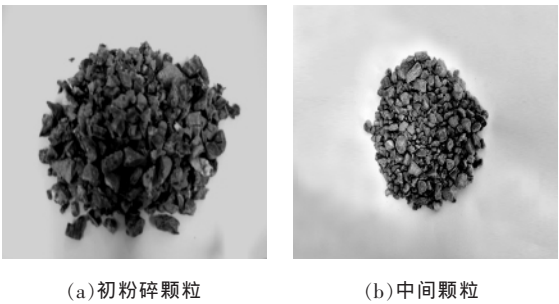


图 2 三七的初粉碎及中间颗粒的照片

Fig.2 Pictures of primary and mid-particles of *panax notoginseng*

由于采用透明端盖，可以观察到磨筒内的磨介层状的排列，并整体有一个与电机转动方向相反的低频转动。根据观察，可初步推测振动磨的粉碎模型，即以体积粉碎模型为主，也伴有表面磨碎模型。

2.2 中药微粉的粉体特性

图 3 为不同三七及水蛭微粉的照片。可以看到：

随着粒径的变小，颜色从粗粉到微粉由深变浅，三七粉由褐色变为沙土色，水蛭粉由黑色变为红土色。

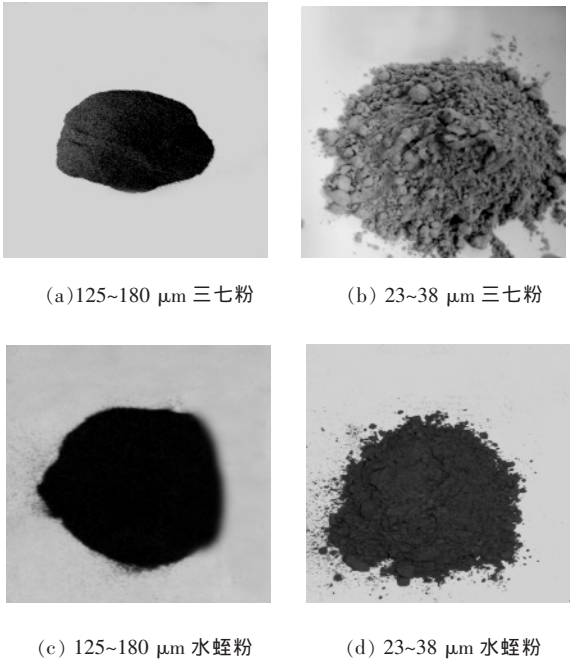


图 3 三七及水蛭粉体的照片

Fig.3 Pictures of *panax notoginseng* and *hirudo* powder

粉体的堆密度是衡量粉体特性的一个重要指标，是指单位体积的粉体质量。采用固定体积的小杯装满粉体来测量各种粉体的堆密度。表 1 为测量得到的各种粒径中药微粉的堆密度值。可以看出：在相同粒径的情况下，水蛭的堆密度要大于三七，但是随着粉体粒径的减小，二者差距减小。

表 1 三七及水蛭微粉的堆密度值

Tab.1 Bulk density of *panax notoginseng* and *hirudo* powder

$d / \mu\text{m}$	$\rho / (\text{kg} \cdot \text{m}^{-3})$	
	三七	水蛭
原料	695.2	—
初碎颗粒	905.4	—
>125~180 μm	675.6	861.8
75~125 μm	640.0	844.7
>38~75 μm	624.3	712.0
23~38 μm	588.6	618.6

2.3 工艺参数对粉磨效果的影响

2.3.1 磨介填充率的影响

对于不同振幅的振动磨机，存在一个最佳的磨介填充率。选取初粉碎的中药物料进行超细粉碎实验，磨介填充率分别为 20%、60%、70%、80%，图 4 为不同磨介填充率下中药粉体粒径 d_{50} 与筛上累积质量分数的关系曲线。可以看出，针对给定振幅和给料条件，当磨介填充率较小时，出料粒度较大，随着磨介填充率的增大，出料粒度减小。本文中选择 80% 的填充率，

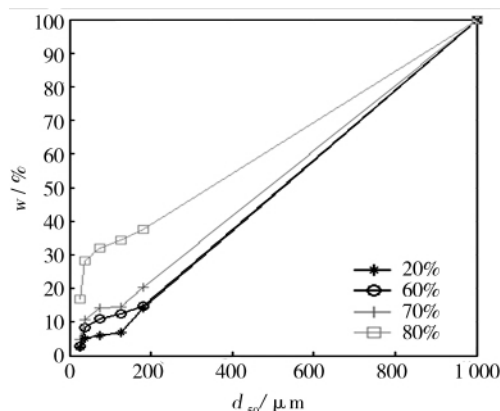


图 4 不同磨介填充率时粉体粒径与筛上累积质量分数的关系

Fig.4 Curve of mass fraction of particles above screen with different rate of filled balls

比一般振动磨机的填充率要大些,这是由于该磨机振幅较小的原因。

2.3.2 物料填充量的影响

为了研究入磨物料填充量的影响,选取初粉碎的同一物料进行超细粉碎实验,入磨质量分别为 150、200、250、300、500 g,图 5 为不同物料填充率下粉体粒径 d_{50} 与筛上累积质量分数的关系曲线。可以看出:当填充的物料较少时,更容易磨碎,粒度更细。但当填充物料过少时,将使得每次磨碎的生产率降低。因此,要根据具体的要求来选择合适的物料填充质量。

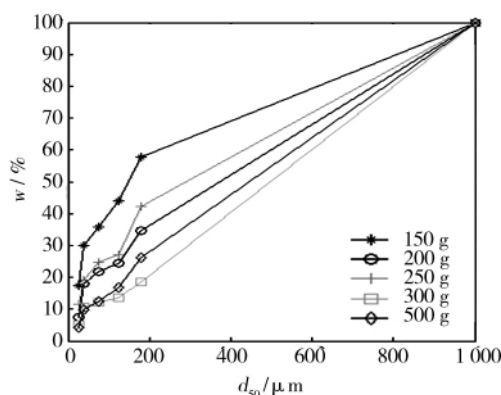


图 5 不同物料填充量时粉体粒径与筛上累积质量分数的关系

Fig.5 Curve of mass fraction of particles above screen with different filled materials

2.3.3 入磨粒度的影响

为了研究入磨粒度的影响,在此选取大于 1 000 μm 及 180~1 000 μm 之间的两种物料进行实验。图 6 为不同入磨粒度下粉体粒径 d_{50} 与筛上累积质量分数的关系曲线。可以看出:入磨粒度越小,最终产品的粒度越小,粒度分布范围越窄。因此,为了减小超微粉碎的工作量,应该进行预粉碎,尽量减小入磨粒度。

2.3.4 粉磨时间的影响

为了研究粉磨时间对中药粒度的影响,每次称取

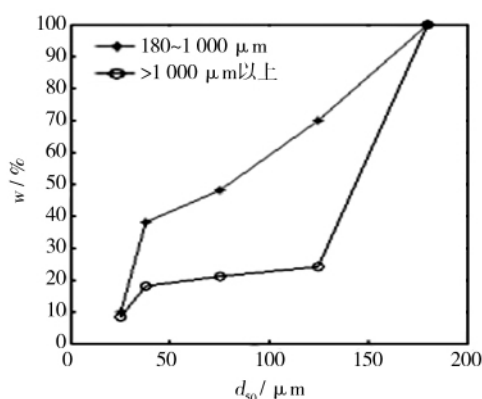


图 6 不同入磨粒度时粉体粒径与筛上累积质量分数的关系

Fig.6 Curve of mass fraction of particles above screen with different particle size of feed materials

动物类中药水蛭原料 200 g 直接入磨,选取的粉磨时间分别为 1、2、5、12、15 min。图 7 是不同粉磨时间下粉体粒径 d_{50} 与筛上累积质量分数的关系曲线。可以看出:随着粉磨时间的延长,粒度分布变窄;粉磨 5 min 时已经有 80% 的中药颗粒小于 38 μm , 95% 的中药颗粒小于 75 μm ;再延长粉磨时间,粒度变化不大。说明水蛭的易磨性很好,比较容易磨碎。对水蛭这类中药粉磨碎,无限地延长磨碎时间,不但粒度变化不大,反而功耗增加,因此存在一个最佳的磨碎时间,这个最佳磨碎时间为 12 min。

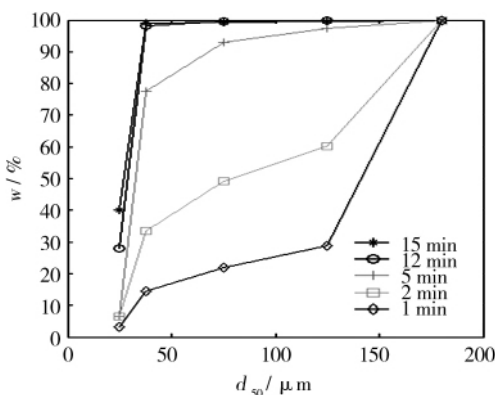


图 7 不同磨碎时间时粉体粒径与筛上累积质量分数的关系

Fig.7 Curve of mass fraction of particles above screen with different grinding time

4 结论

通过对三七和水蛭两种中药材进行粉磨实验,发现水蛭的粉磨效果很好,在短时间内就能达到所要求的微粉粒度;而三七的粉磨效果较差,粉磨时间长且存在无法磨碎的中间颗粒。水蛭属于整体入药的动物类药,三七属于植物根类药,该粉磨实验结果对于同类中药具有指导意义,但具体的粉磨特性需要更多类中药的进一步验证。

(下转第 42 页)

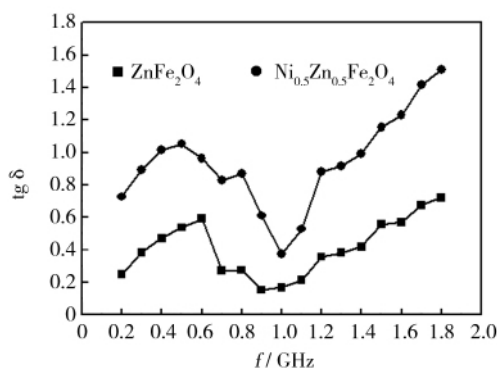


图 7 电磁损耗角正切与频率的关系曲线

Fig.7 Curves of relation between electromagnetic loss $\text{tg}\delta$ and frequency f

波动,但均保持较大的电磁损耗角正切值,因此,在 0.2~1.8GHz 范围内, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 铁氧体对电磁波的吸收损耗性能明显好于 ZnFe_2O_4 铁氧体,且在该频率范围内均保持着这一特性。所以 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 铁氧体在该频率范围内是一种良好的吸波材料。

2.6 电磁损耗差异分析

铁氧体的电磁学性质主要取决于金属阳离子的分布。在尖晶石结构的铁氧体中,氧离子按立方紧密堆积排列,金属离子则分布在氧离子的间隙中,这种间隙分为四面体间隙和八面体间隙。在 Ni-Zn 铁氧体中, Zn^{2+} 是占据四面体间隙趋势最强的离子, Zn^{2+} 占据四面体间隙,而 Ni^{2+} 占据八面体间隙的趋势强于 Fe^{3+} , Ni^{2+} 占据八面体间隙,剩余的位置由 Fe^{3+} 占据。所以, Ni-Zn 铁氧体的阳离子分布情况为 $(\text{Zn}^{2+}_{1-x}\text{Fe}^{3+}_x)[\text{Ni}^{2+}_x\text{Fe}^{3+}_{2-x}]\text{O}_4$ 。当 $x=0$ 、0.5 时,阳离子分布情况分别为 $(\text{Zn}^{2+})[\text{Fe}^{3+}_2]\text{O}_4$ 和 $(\text{Zn}^{2+}_{0.5}\text{Fe}^{3+}_{0.5})[\text{Ni}^{2+}_{0.5}\text{Fe}^{3+}_{1.5}]\text{O}_4$,在增加 Ni^{2+} 含量后, Ni^{2+} 离子占据八面体间隙,而八面体间隙上的 Fe^{3+} 被赶到四面体间隙,使得四面体间隙内磁矩下降,八面体间隙内磁矩增加,其结果使得铁氧体的饱和磁矩增加,其亚铁磁性增强,表现在电磁损耗上,即其具有较好的

磁损耗性能^[7-8]。这可能是导致 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 电磁损耗比 ZnFe_2O_4 较好的主要原因。

3 结论

1)以 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 及柠檬酸为原料,采用溶胶-凝胶法制备前驱体,在 1 200 °C 下煅烧 3 h 合成了立方晶系尖晶石结构,结晶完整的 ZnFe_2O_4 和 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 铁氧体,晶粒大小在 100 nm 左右。

2)在 0.2~1.8 GHz 的频率下对 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 铁氧体进行了电磁损耗性能测试,结果表明:在该频率范围内 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 较 ZnFe_2O_4 具有较强的电磁损耗。

参考文献(References):

- [1] SEDLAR M, MATEJEC V, GRYGAR T, et al. Sol-gel precessing and magnetic properties of nickel zinc ferrite thick films[J]. Ceramics International, 2000, 2: 507-512
- [2] PANDA R N, SHIH J C, CHIN T S. Magnetic properties of nano-crystalline Gd-or Pr-substituted CoFe_2O_4 synthesized by the citrate precursor technique[J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2003, 257: 79-86
- [3] PIGNARD S, VINCENT H, FLAVIN E, et al. Magnetic and electromagnetic properties of RuZn and RuCo substituted $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ [J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2003, 260: 437-446
- [4] KIN O L, FRANK R S. electromagnetic properties of gel-derived NiCu-Zn ferrites[J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2002, 246: 30-35
- [5] 李红英. 稀土六方铁氧体的合成、表征及吸波性能的研究[D]. 长春: 吉林大学, 2003: 55-56
- [6] 张悦, 兰中文, 余忠. 溶胶凝胶法合成 NiZn 铁氧体研究[J]. 材料导报, 2006, 20(5): 49-51
- [7] 孙杰, 刘建华, 李松梅. 尖晶石型 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 纳米晶体的制备及电磁性能研究[J]. 无机材料学报, 2005, 20(5): 1 077-1 082
- [8] 庄稼, 陈学平, 迟燕华, 等. 纳米 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 铁氧体的制备及电磁损耗特性研究[J]. 功能材料, 2006, 37(1): 43-46

(上接第 38 页)

粉磨过程工艺参数对粉磨效果的影响的研究结果表明:增大磨介填充率、减少物料填充量、减小入磨粒度、增加磨碎时间都可以有效降低最终中药微粉的产品粒度,但要综合考虑与磨机振动参数之间的关系,以及对粉磨生产率的影响。

参考文献(References):

- [1] 平星. 浅谈中药微粉的开发应用及存在问题[J]. 兽药与饲料添加剂,

2004, 9(4): 30-32

- [2] 宋英, 谈静, 胡原. 中药微粉技术的发展与展望[J]. 中国中医药信息杂志, 2006, 13(8): 89-91
- [3] 方道硕, 万军. 中药微粉规范化研究之我见[J]. 成都中医药大学学报, 2003, 25(1): 58-60
- [4] 彭伟, 侯书军, 秦志英. 振动磨机技术研究的新进展[J]. 矿山机械, 2005, 33(7): 25-26
- [5] 李成华, 曹龙奎. 振动磨超微粉碎黑木耳的试验研究[J]. 农业工程学报, 2008, 24(4): 246-250