



球磨法制备玫瑰花粉体

蒋书云, 邓国栋, 施金秋, 朱陈森

(南京理工大学 国家特种超细粉体工程技术研究中心, 江苏 南京 210094)

摘要: 为了获得高品质的玫瑰花粉体产品, 首先对玫瑰花鲜花进行真空冷冻干燥处理, 然后采用双向旋转球磨机对玫瑰花进行超细粉碎, 研究在粉碎过程中筒体及搅拌器转速、球料质量比、研磨时间等工艺参数对玫瑰花粉体产品粒度的影响。结果表明: 球磨法制备玫瑰花粉体的最佳条件是筒体转速为 120 r/min, 搅拌器转速为 80 r/min, 球料质量比为 10, 研磨时间为 120 min; 制备的玫瑰花粉体的中位粒径 d_{50} 为 6.1 μm , 并很好地保留玫瑰花的芳香。

关键词: 玫瑰花粉体; 真空冷冻干燥; 双向旋转球磨机; 超细粉碎

中图分类号: S226.3, R282.4

文献标志码: A

文章编号: 1008-5548(2015)02-0043-04

Preparation of Rose Powders Through Ball Milling

JIANG Shuyun, DENG guodong, SHI Jinqiu,
ZHU Chensen

(National Special Superfine Powder Engineering Research Centre,
Nanjing University of Science and Technology, Nanjing 210094, China)

Abstract: To obtain high quality rose powders, the vacuum freeze dryer was used to dry the fresh rose, then the twin-rolling mill was used to grind the rose. In the process of grinding, the effects of process parameters on the size of superfine rose powders were discussed, such as the speed of barrel and agitator, the mass ratio of grinding-balls to materials, the grinding time, which influence the particle size of the rose powders. As the results show, the optimum conditions used are that the barrel speed is 120 r/min, the agitator speed is 80 r/min, the mass ratio of grinding-ball to materials is 10:1, the grinding time is 120 min. The mid-size of the obtained rose powders is 6.1 μm . These powders remain the fragrance of rose well.

Keywords: rose powder; vacuum freeze drying; twin-rolling mill; superfine grinding

玫瑰花是一种传统的中药材, 在我国已有 2 000 a 的药食两用的历史^[1]。玫瑰花的颜色有多种, 如红玫瑰、白玫瑰、黄玫瑰、蓝玫瑰等, 这些不同颜色的玫瑰花均

可用于制作无毒无害的纯天然色素, 着色自然, 环保、无污染, 安全性较高, 可添加到胭脂、面膜等化妆品中。玫瑰花中含有多种化学成分, 如芳香的醛、醇、酚、脂肪酸和含香精的油和脂等, 具有特殊的芳香气味及鲜艳的颜色, 通常用作食品或化妆品的香料或色素, 能给人带来愉悦的感觉, 受到很多消费者青睐, 因此具有广阔的市场前景^[2]。玫瑰花中还含有多种微量元素, 其中维生素 C 的含量高。此外, 玫瑰花速溶粉作为一种可溶的固体茶, 在世界国家的消费量快速增长^[3]。由此可见, 玫瑰花的用途很广, 如作为色素、香料和食品等, 但是传统的开水冲泡玫瑰花的方法, 一些难溶或不易溶的有效成分不能完全冲泡出来^[4], 人体不能完全吸收其营养成分。为了充分利用玫瑰花, 将玫瑰花加工成玫瑰花粉体, 使其具有极大的比表面积和非常高的表面活性, 有利于其有效成分被人体充分吸收。

由于玫瑰花为纤维类生物材料, 粉碎后易氧化, 且玫瑰花中一些低沸点的芳香成分容易挥发^[5], 因此玫瑰花的粉碎过程要在密闭系统中进行, 并且温度不能太高, 以保持玫瑰花粉体具有玫瑰花一样的芳香及鲜艳的颜色。本文中首先采用真空冷冻干燥技术对玫瑰花鲜花进行干燥, 然后用双向旋转球磨机对玫瑰花进行超细粉碎, 重点研究粉碎工艺条件对玫瑰花粉体产品粒度的影响。

1 实验

1.1 实验材料

选用天兰山牌玫瑰花鲜花(粉红色)作为原料, 花瓣长度为 25 mm 左右。

1.2 仪器设备

实验过程中使用的主要仪器设备如下: GLZ-1 型真空冷冻干燥机(上海浦东冷冻干燥设备有限公司), 用于对玫瑰花鲜花原料进行干燥, 且不会改变玫瑰花原料的性能。HLGB100 型双向旋转球磨机(南京理工大学研制), 用于对干燥后的玫瑰花进行超细粉碎, 粒度可以达到微米级。该设备外筒体有冷却系统, 可以防止粉碎过程发热, 筒体内可以通氮气保护, 防止玫瑰花粉体的氧化。Mastersize2000 型激光粒度仪(英国马尔文

收稿日期: 2014-06-06, 修回日期: 2014-06-30。

第一作者简介: 蒋书云(1991—), 女, 硕士研究生, 研究方向为微纳材料制备。E-mail: 1239030981@qq.com。

通信作者简介: 邓国栋(1965—), 男, 高级工程师, 研究方向为含能材料微纳化制备。E-mail: dydgd@126.com。

公司),检测精度高,分析速度快,可用于玫瑰花粉体产品的粒度检测。NE400 型电子显微镜(日本尼康公司),用于观察玫瑰花粉体颗粒的微观形貌。

1.3 玫瑰花干燥及粉碎的设备原理

1.3.1 真空冷冻干燥原理

冷冻干燥机工作原理如图 1 所示。先将玫瑰花鲜花放入真空冷冻干燥机的干燥箱,通过制冷系统对干燥箱降温预冻至 -40°C ,将干燥箱内玫瑰花鲜花冷冻至一定温度后,再将捕水器(即冷阱或冷凝器)降温至 -60°C ,由真空系统对干燥箱和捕水器抽真空,并缓慢升温,使水分直接从玫瑰花鲜花中升华出来,捕水器及时将干燥箱内水蒸气捕获,凝结成固态冰除去,干燥过程在不低于 40°C 下进行,最终得到了干燥的玫瑰花。此方法很好地保留了原玫瑰鲜花的芳香和颜色。

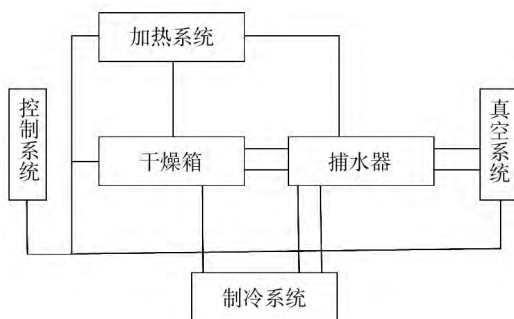
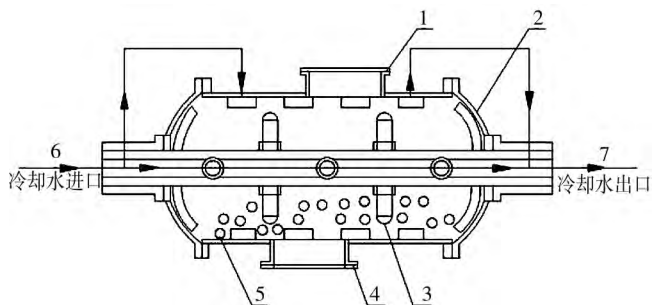


图 1 冷冻干燥机工作原理示意图

Fig. 1 Schematic diagram of vacuum freeze dryer

1.3.2 超细粉碎原理

为了防止玫瑰花在粉碎过程中氧化,必须控制粉碎过程的温度及保持粉碎过程在密闭体系中进行。HLGB100 型双向旋转球磨机的内部结构示意图见图 2。该球磨机装有一个搅拌装置(或搅拌器),它的旋转方向与外筒体的旋转方向是相反的^[6]。由于搅拌球磨机与普通球磨机一样,也会产生粉碎力场,因此这种设计将两者的粉碎力场相结合,产生了多种不同方向的粉碎力场,从而使磨球向着多种方向进行无规律的运动。



1—进料口;2—筒体;3—搅拌器;4—出料口;5—不锈钢磨球;

6—冷却水进口;7—冷却水出口。

图 2 双向旋转球磨机工作原理示意图

Fig. 2 Working principle of bi-rolling mill

在粉碎过程中,一方面磨球快速冲击筒体内壁,另一方面磨球之间产生很强的相互摩擦、剪切运动,显著提高了粉碎效率^[7]。此外,为防止粉碎过程因摩擦而发热^[8],该设备在外筒体及内搅拌器均设有水冷却装置,使筒体温度始终处于在 50°C 以下。

将干燥后的介质球和玫瑰花按一定比例由加料口加入,设置好粉碎工艺参数,装上盖板后开始粉碎。在整个粉碎过程中,冷却水由进水口进入,经筒体外壳及搅拌器,最后从出水口流出。粉碎结束后出料,在粉碎机外围安装一个罩盖及接料盘,将出料口处的盖板换成筛板,启动粉碎机,将粉碎好的粉料甩出,进入收集罩和接料盘。

1.4 实验方法

以颜色鲜艳、芳香浓郁的粉红色玫瑰花鲜花为原料,先进行真空冷冻干燥,然后将干燥的玫瑰花(每批 10 kg)、磨球(直径为 6 mm ,不锈钢材质)按一定比例装入双向旋转球磨机筒体。在筒体内通入氮气保护,并对筒体外夹套通入冷却水。设定双向旋转球磨机的各项参数,进行研磨实验,用激光粒度测定仪测试玫瑰花粉体产品的粒度。

本实验主要考察双向旋转球磨机的筒体转速和内搅拌器转速、磨球与原料玫瑰花质量比(简称球料比)、研磨时间对玫瑰花粉体产品粒度的影响。

2 结果与讨论

2.1 球磨机的转速对产品粒度的影响

干燥后的玫瑰花和不锈钢磨球的装填量大约为球磨机筒体体积的 $3/4$,球料比设置为 10 ,研磨时间设置为 120 min ,分别调节筒体转速为 80 、 90 、 100 、 120 、 140 r/min ,内搅拌器转速 40 、 50 、 60 、 80 、 100 r/min ,两者转速方向相反。不同的筒体转速和内搅拌器转速下,得到不同粒度的玫瑰花粉体的粒度如图 3、4 所示。可以看出,在一定转速范围内,随着转速的增大,玫瑰花粉体的粒度随之迅速减小。原因在于随着筒体及内搅拌器转速增大^[9],磨球冲击筒体内壁的强度增大,产生强烈的摩擦、剪切运动使物料得以快速粉碎;但是,当筒体转速超过 120 r/min ,内搅拌器转速超过 80 r/min 时,玫瑰花粉体的粒度随转速的增大变化很小。原因是当筒体的转速和内搅拌器的转速超过一定数值时,一些磨球在离心力作用下紧贴筒体一起作圆周运动,此时的磨球对玫瑰花没有任何粉碎作用。此外,转速太大,比能耗也会随之增大,消耗的能量随之增加。综合考虑上述因素,确定球磨机筒体转速为 120 r/min ,内搅拌器转速为 80 r/min ,所得玫瑰花粉体的中位粒径 d_{50} 约为 $6\text{ }\mu\text{m}$ 。

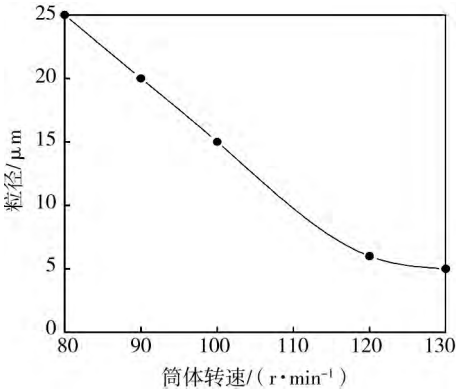


图 3 玫瑰花粉体粒度与筒体转速关系曲线

Fig. 3 Curve of particle size of rose powders and speed of barrel

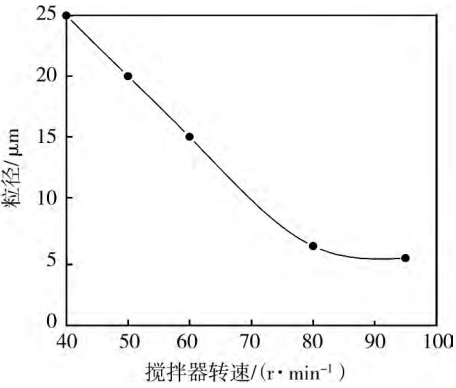


图 4 玫瑰花粉体粒度与搅拌器转速关系曲线

Fig. 4 Curve of particle size of rose powders and speed of agitator

2.2 球料质量比对产品粒度的影响

设置球磨机筒体转速为 120 r/min,内搅拌器转速为 80 r/min,研磨时间为 120 min,球料比分别取 5、6、8、10、11 进行研磨实验,考察球料比对玫瑰花粉体粒度的影响,结果如图 5 所示。当球料比逐渐增大时,玫瑰花粉体粒度随之明显减小。因为磨球数量随着球料比的增大而增加,磨球对物料的碰撞概率增大,粉碎效果明显,所以物料粒度变小。当球料比大于 10 时,球料比继续增大,玫瑰花粉体粒度的减小反而不明显。这是因为磨球数量太多,导致在抛射磨球的落点处磨球堆积较高,减缓了磨球的冲击,所以粉碎效率较低。综合分

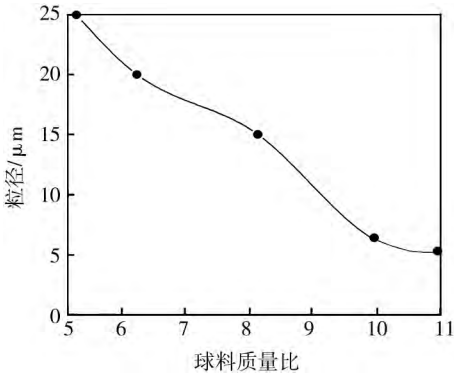


图 5 玫瑰花粉体粒度与球料比的关系曲线

Fig. 5 Curve of particle size of rose powder and mass ratios of grinding-balls and rose

析以上各因素,球料比确定为 10,此时玫瑰花粉体的中位粒径 d_{50} 约为 6 μm 。

2.3 研磨时间对产品粒度的影响

其他研磨条件不变,设置研磨时间分别为 30、60、90、120、140 min 进行实验,考察研磨时间对玫瑰花粉体粒度的影响,结果如图 6 所示。可以看出,在一定范围内,随着研磨时间的增加,玫瑰花粉体粒度逐渐减小。原因是随着研磨时间的增加,物料受到的碰撞、研磨的次数增多,使得被粉碎物料的比表面积增大,所得粉体产品的粒度减小。当研磨时间超过 120 min 时,玫瑰花粉体产品粒度变化不明显。原因在于粉体产品的比表面积增大,即颗粒的表面激活点增多,使得颗粒变得不稳定,颗粒之间会发生团聚来降低表面能,导致比表面积减小^[10]。继续增加研磨时间,不仅粉碎效率较低,而且能耗也会成倍增加。综合以上各因素,研磨时间确定为 120 min,此时玫瑰花粉体的中位粒径 d_{50} 约为 6 μm 。

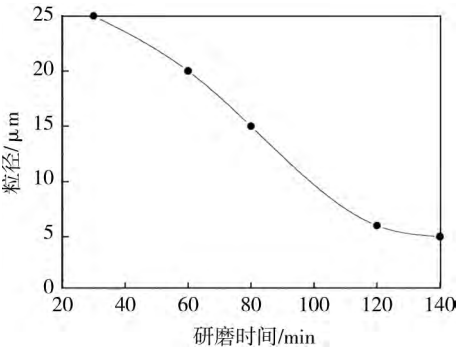


图 6 玫瑰花粉体粒度与研磨时间的关系曲线

Fig. 6 Curve of particle size of rose powders and grinding time

在上述工艺条件下,得到玫瑰花粉体具有较好的分散性,无明显的团聚现象。图 7 所示为玫瑰花粉体的粒度分布曲线。可以看出,玫瑰花粉体中位粒径 d_{50} 为 6.100 μm ,颗粒粒径主要分布在 1.5~23 μm 范围内。图 8 为玫瑰花粉体的电子显微镜图像。可以看出,玫瑰花粉体颗粒的粒径约为 6 μm 。

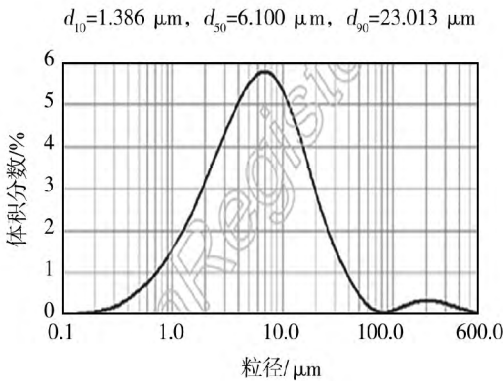


图 7 玫瑰花粉体的粒度分布

Fig. 7 Particle size distribution of rose powders

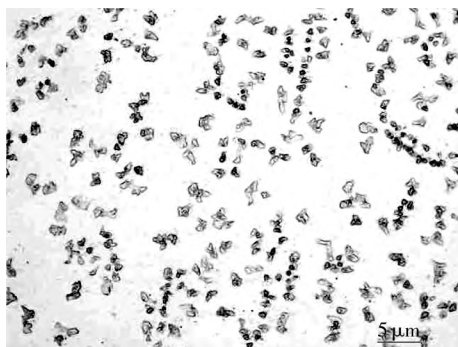


图 8 玫瑰花粉体的电子显微镜图像(放大倍数为 400)

Fig. 8 Microscope image of rose powders (magnified 400 times)

3 结论

先采用真空冷冻干燥技术对玫瑰花鲜花进行干燥,然后采用双向旋转球磨机对玫瑰花进行超细粉碎,研究了粉碎工艺条件对玫瑰花粉体粒度的影响,得到如下结论:

1)采用真空冷冻干燥技术对新鲜的玫瑰花进行干燥,干燥过程在温度不高于 40 ℃的条件下进行,可以保持原玫瑰花的芳香及鲜艳颜色。

2)玫瑰花最佳粉碎工艺条件是双向旋转球磨机筒体的转速为 120 r/min,内搅拌器的转速为 80 r/min,磨球与原料玫瑰花质量比为 10,研磨时间为 120 min。

3)在最佳粉碎工艺条件下,可以将花瓣长度约为 25 mm 的玫瑰花粉碎至中位粒径为 6.1 μm 的玫瑰花

粉体。

4)采用双向旋转球磨机对玫瑰花进行超细粉碎,可以进行批量生产,并防止玫瑰花粉体的氧化,保留原玫瑰花的芳香和颜色。

参考文献(References):

- [1] 仲婕. 玫瑰花的新药用价值[J]. 中国医药科学, 2011, 1(16): 19-21.
- [2] 李玉髓. 玫瑰花红色素提取工艺研究[J]. 中国食物与营养, 2006, 27(3): 54-56.
- [3] SOMESWARARAO C H, SRIVASTAV P P. A novel technology for production of instant tea powder from the existing black tea manufacturing process[J]. Innovative Food Science and Emerging Technologies, 2012, 16: 143-147.
- [4] 李跃伟, 孙慕芳. 不同粉碎度茶粉主要化学成分研究[J]. 信阳农业高等专科学校学报, 2005, 15(1): 33-35.
- [5] 张海云, 吕传润, 郭永来, 等. 玫瑰综合加工新工艺和新系列产品简介[J]. 香料香精化妆品, 2008(2): 12-14.
- [6] 刘宏英, 杨毅, 邓国栋, 等. 双向球磨超细粉碎技术及设备研究[J]. 新技术新工艺, 2005(12): 62-64.
- [7] 邓国栋, 刘宏英. 点火药用硅粉超细化技术研究[J]. 爆破器材, 2008, 37(4): 34-37.
- [8] 刘宏英, 邓国栋, 顾志明. 煤粉超细化技术及设备研究[J]. 中国粉体技术, 2010, 16(3): 40-42.
- [9] 邓国栋, 刘宏英. 黑索今超细化技术研究[J]. 爆破器材, 2009, 38(3): 34-37.
- [10] 李琳, 刘天一, 李小雨, 等. 超微茶粉的制备与性能[J]. 食品研究与开发, 2011, 32(1): 53-56.

浙江力普粉碎设备荣获绍兴市名牌产品称号

日前 浙江省绍兴市名牌战略推进委员会经过资料评价、专业评价、满意度调查、综合评价、评审表决和媒体公示,最终确定 159 家企业申报的 170 个产品(其中复评 91 个)为 2014 年绍兴名牌产品,有效期为 3 年。浙江力普粉碎设备有限公司“力普高科”牌粉碎设备榜上有名,跻身成为我国粉碎设备行业屈指可数的名牌产品之一。

浙江力普粉碎设备有限公司铸造名牌的秘诀在于:一是产品定位对路。该公司专门为上市公司、世界 500 强等高端客户精心设计、量身定做,以此作为企业的战略突破点,有力拓展了产品在国内外市场的品牌影响。同时,借力国家重点扶持的新材料、新能源等战略性新兴产业,瞄准纳米碳酸钙、石墨球化粉碎、精制棉粉碎制备纤维素醚 3 大细分市场,成功抢占其高端粉碎设备领域制高点,助推产业转型升级。公司集聚行业专业人才,成功研发出纳米钙粉碎生产线,解决了碳酸钙由粗变细的技术难题,使碳酸钙产业向纳米级转型升级提供了技术装备支撑。公司研制的石墨粉碎球化生产线,技术处于国际领先水平,为国内的粉体行业解决了一大难题,吸引并成了日本、巴西客商的首选。作为中国纤维素行业协会会员单位,公司为满足企业对纤维素醚成品微粉的粒度和生产率提出的更高要求,积极吸收国外先进粉碎技术,消化再创新,在精制棉制备纤维素的粉碎加工技术领域取得重大突破。

二是品牌建设有力。依托于产品的优良品质和特色技术优势,浙江力普加大广告投入力度,利用行业报刊传统媒体和电子网络的宣传优势,有针对性地进行有效宣传,突显个性,使其知名度和美誉度在粉碎设备应用领域声誉斐然。目前,公司已成为国内知名的专业生产各类超细粉碎、精细分级成套粉体设备的省级优秀创新型企业,拥有多项国家专利产品,是绍兴市专利示范企业,研发的多款粉碎设备新品进入省、市科研项目,成为浙江省新产品,评为浙江省重点科技产品。

(丁 文)

浙江力普咨询热线: 13806745288 13606577969
网 站: <http://www.zjleap.com/>

传 真: 0575-83152666
E-mail: zjleap@163.com