



# 三七超微粉体与细粉、不同目数范围粉体的 粒度分布和显微形貌特征的比较

詹若挺<sup>1a</sup>, 夏 荃<sup>1b</sup>, 成金乐<sup>2</sup>, 邓 雯<sup>1a</sup>, 文惠玲<sup>1b</sup>

(1. 广州中医药大学 a. 中药资源科学与工程研究中心; b. 中药学院, 广东 广州 510006; 2. 广东中山中智药业集团, 广东 中山 528400)

**摘要:** 通过比较三七超微粉体、细粉(三七常规饮片)以及不同目数范围粉体(三七细粉经多次筛分得到的粉体)在粒度分布、显微形貌特征方面的差异,探讨了超微粉碎技术应用于中药三七加工的优势。应用激光粒度分析仪对三七超微粉体与细粉、不同目数范围粉体的粒度及其分布进行表征,观察其显微形貌特征。粒度分布测试和显微形貌观察的结果表明,超微粉粒度分布在 0.30~24 μm,大部分粉体达到了 10 μm 以下,呈对称的单峰分布,引起团聚的作用力为各种表面力,说明超微粉体均匀度高质量易控。三七细粉及不同目数范围的粉体粒度分布范围在 2~190 μm,分布不对称,引起团聚的作用力为重力的等质量力,说明其均匀度差,质量难以控制。

**关键词:** 三七;超细粉体;粒度分布;显微形貌特征

中图分类号:R283

文献标志码:A

文章编号:1008-5548(2009)01-0042-04

## Comparison of Particle Size Distribution and Microscopic Characters of Ultrafine Powder and Fine Powder and Different Mesh Screen Powder of *Panax Notoginseng*

Zhan Ruoting<sup>1a</sup>, Xia Quan<sup>1b</sup>, Cheng Jinle<sup>2</sup>,  
Deng Wen<sup>1a</sup>, Wen Huiling<sup>1b</sup>

(1a. Research Center of Chinese Medicinal Resource Science and Engineering; 1b. College of Chinese Pharmaceutical Sciences, Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510006; 2. Zhongzhi Chinese Medicine CO., LTD., Zhongshan 528400, China)

**Abstract:** To compare the differences about particle size distribution and microscopic characters of ultrafine powder and fine powder and different mesh screen powder of *panax notoginseng*, for forecasting advantage of technology of ultrafine pulverization for *panax notoginseng*. The ultrafine powder and fine powder and different mesh screen powder were observed and analyzed by laser particle size analyzer and electronmicroscope. The test results of the particle size and particle size distribution and microscopic character suggested that the diameter particle of ultrafine powder rang-

ing from 0.3~24 μm, most of it belowing 10 μm, and showed unimodal distribution. The forces that caused agglomeration were surface forces. The result showed that the ultrafine powder of *panax notoginseng* was of high uniformity and its quality was easy to be controlled. The diameter particle of fine powder and different mesh screen powder ranging from 2~190 μm, the distribution was dissymmetry. The forces that caused agglomeration were gravity and some other mass force. The results showed that the fine powder and different mesh screen powder of *panax notoginseng* were of low uniformity and its quality was hard to be controlled.

**Key words:** *panax notoginseng*; ultrafine powder; particle size distribution; microscopic character

中药超微粉碎技术通过将中药材粉碎到 0.1~75 μm,完全打破药物细胞壁,使药物以微细粒子团的形式存在,每个粒子团都包含相同比例的各种成分。因此,超微粉体与普通中药饮片相比,其内在质量具有高度的均一性与可控性。另外,中药超微粉碎技术通过增大药物粉体的比表面积,促进溶出,提高药效,最终达到节省中药材资源的目的<sup>[1]</sup>,是实现中药资源可持续发展的途径之一。

目前,对三七超微粉体的探索主要集中在三七微粉化后对其质量的影响<sup>[1]</sup>,不同粒度范围的三七粉体的体外溶出度变化<sup>[2]</sup>、三七超微粉在的体内生物有效性<sup>[3]</sup>和三七超微粉体粉碎工艺及其结构<sup>[4]</sup>等研究方面。对于三七超微粉体与三七常规饮片(三七细粉)在粒度及其分布和显微形貌方面差异的系统研究还鲜有报道。在对三七常规饮片(三七细粉)的粒度研究中发现,其粒度分布跨度较大,为详细考察三七超微粉体与三七细粉在此方面的差异,将三七细粉过筛分为不同目数范围的粉体,分别考察其粒度分布及显微形貌特征。本文中进行了三七超微粉体、细粉及不同目数范围的粉体的相关比较研究。

### 1 仪器、试药与试剂

#### 1.1 仪器

LS-POP(6)型激光粒度分析仪,珠海欧美克科技

收稿日期:2008-05-21,修回日期:2008-08-25。

第一作者简介:詹若挺(1970-),男,副教授,博士研究生,研究方向为中药资源可持续利用研究与开发。电话:020-39358066,13609028820, E-mail: vip.zhanrt@gzhtcm.edu.cn。

有限公司;GFZ-38 型齿爪式粉碎机,广东省阳山兴业机械制造有限公司;TC-10 型流化床超音速气流粉碎分级机,南京天目科技有限公司;CX31 型光学显微镜,日本 OLYMPUS 有限公司。

## 1.2 中药原料

三七,云南文山,经鉴定为五加科植物 *panax notoginseng* (Burk.) F.H.Chen 的干燥根和根茎。三七超微粉体:经齿爪式粉碎机粗粉碎成细粉,然后将细粉经气流粉碎机粉碎成  $d_{50} < 10 \mu\text{m}$  的超微粉体。三七细粉:经齿爪式粉碎机粉碎成细粉。不同目数范围粉体:将三七细粉依次过 80、120、150、200 目筛,样品 A:80 目以下;样品 B:80~120 目;样品 C:120~150 目;样品 D:150~200 目;样品 E:200 目以上。

## 2 实验方法与结果分析

### 2.1 粒度及粒度分布测定

分别取超微粉、细粉及不同目数范围粉体适量,用蒸馏水作分散剂,搅拌均匀后超声分散 2 min,投入高速循环样品池。

分散介质:超纯水;样品折射率:2.60;介质折射率:1.33;分析模式:单峰及多峰模式(单峰模式 ROSIN-RAM:仅检测样品中粒径小于  $50 \mu\text{m}$  的部分,样品中粒度大于  $50 \mu\text{m}$  的部分被系统自动剔除。粒度分布呈单峰正态分布模式。多峰模式 POLYDIS:在检测限内,检测样品的粒度分布无固定的出峰个数及峰型);截断下限: $0.20 \mu\text{m}$ ;截断上限: $517.20 \mu\text{m}$ 。

采用单峰模式对三七超微粉体进行粒度分布测定,其粒度分布在  $0.30 \sim 24 \mu\text{m}$ ,  $20 \mu\text{m}$  以下粉体占 99%,  $10 \sim 20 \mu\text{m}$  之间粉体占 28%,  $10 \mu\text{m}$  以下粉体占 81%,呈正态分布,峰窄且高;采用多峰模式测定三七超微粉体进行对比实验,其粒度分布近似于正态分布,结果与单峰模式测定结果一致,且  $d_{50}$  与  $d_{4.3}$  数值接近,表明测试结果准确;对超微粉体进行不同部位采样,多次测定,其结果基本一致(见图 1(a)、(b))。实验结果表明,气流超微粉碎不但起到了细化粉体的作用,而且也起到了匀化的作用,使大部分粉体达到了  $10 \mu\text{m}$  以下,说明超微粉体均匀度高质量易控。

通过多峰模式测定三七细粉,其粒度分布范围在  $2 \sim 160 \mu\text{m}$ ,分布不对称,出现双峰;采用单峰模式测定三七细粉进行对比实验,结果与多峰模式有较大差异;对细粉进行不同部位采样,多次测定,其测定结果精密度较低(见图 1(c))。结果表明,三七细粉中夹杂部分粉末已达到破壁范围,但细粉粒度分布宽,均匀性差。由于不同部位取样对粒度测定结果准确性的影响很大,难以准确得知其粒度分布,考虑将三七细粉筛分为不同目数范围粉体,分段测定其粒度分布。

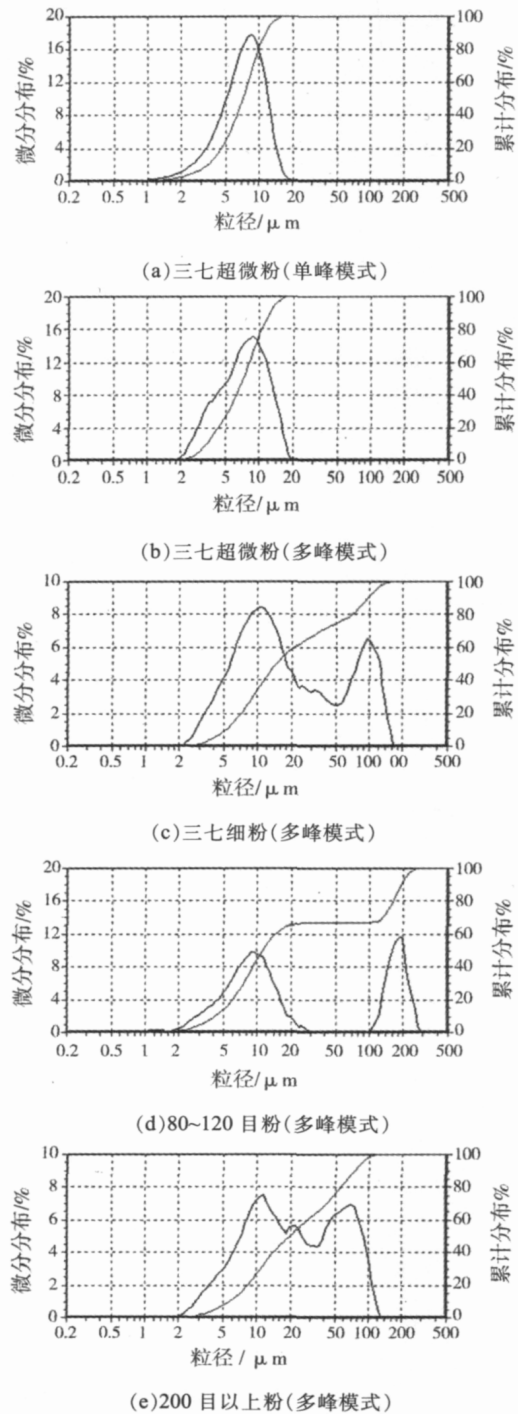


图 1 三七超微粉体、细粉及不同粒度粉体的粒度分布

Fig.1 Particle size distribution of ultrfine powder, fine powder and different mesh screen powder of *panax notoginseng*

采用多峰模式对不同目数的粉体进行粒度分布测定,80~120 目粉和 120~150 目粉出现完全分开的双峰(图 1(d));150~200 目粉则出现相互有重叠的双峰,  $200 \mu\text{m}$  以上粉,两峰重叠的面积增大(图 1(e))。结果表明,不同目数范围粉体的粒度分布的共同特点是存在两类粉体,一类为  $50 \mu\text{m}$  以下粉体,达到破壁范围;另一类是  $100 \mu\text{m}$  以上粉体。随着目数的增加,较粗的粉体不断细化,两类粉体粒度分布有逐步融合的趋势。三七细粉粒度分布则是上述所有粉体混合后的粒度

分布状态。结果表明,三七细粉中存在大量微细颗粒和少量大颗粒,其存在方式是大量微细颗粒吸附在少量大颗粒上,这是三七细粉不均匀的主要原因。

综上所述,三七超微粉体与细粉在粒度分布方面有很大不同,超微粉体粒度分布窄,均匀度高,质量易控;细粉粒度分布宽,均匀度差,难以控制其质量。从团聚机理方面来看,超微粉体由于表面积急剧增大,其微细颗粒间相互作用力也增大,其主要作用力为微细颗粒分子间作用力、静电作用力及毛细作用力,其中又以分子间作用力起最主要作用,这些相互作用力的存在,使粒度大小均匀的超微粉体原级颗粒组合成凝聚体和复聚体的形式,因此,超微粉体在外观上常常呈片状团聚。而三七细粉存在大量微细颗粒和少量较大颗粒,其团聚原因是由较大颗粒的重力、静电力在内的所有质量力对其周围的微细颗粒产生吸附作用。因此,从外观上可以看到三七细粉呈粉末与颗粒相互夹杂状。

表 1 超微粉体、细粉及不同目数范围粉体的粒度分布参数  
Tab.1 Particle size distribution parameters of ultrafine powder, fine powder and different mesh screen powder of *panax notoginseng*

样品	$d_{10}/\mu\text{m}$	$d_{50}/\mu\text{m}$	$d_{90}/\mu\text{m}$	$d_{4.3}/\mu\text{m}$
超微粉(单峰)	3.39	11.29	7.06	7.25
超微粉(多峰)	3.30	11.32	7.00	7.21
细粉(单峰)	3.17	18.41	9.95	106.5
细粉(多峰)	5.12	97.17	14.59	33.98
80~120 目粉(多峰)	4.49	190.45	10.82	53.03
120~150 目粉(多峰)	5.12	186.84	30.95	75.72
150~200 目粉(多峰)	5.49	136.56	42.17	58.51
200 目以上粉(多峰)	5.62	71.71	19.04	30.19

## 2.2 显微形貌特征比较

### 2.2.1 实验方法

1) 三七超微粉体与细粉的显微形貌特征比较:取粉末适量,滴加一两滴水,盖上盖玻片,或水合氯醛透化,置显微镜下观察。

2) 不同目数范围三七粉体的显微形貌特征比较:干粉:直接将粉末铺于载玻片上,置显微镜下观察;湿粉:将粉末铺于载玻片上,滴加蒸馏水后置显微镜下观察。

### 2.2.2 结果分析

三七细粉在显微镜下可观察到各种粉末特征,如大量淀粉粒、导管及木栓细胞等(图 2(a)、(b));而三七超微粉体在显微镜下几乎观察不到任何后含物(图 2(c))。另外,观察三七干粉样品,可见其团聚性很强,有颗粒状团聚体(图 2(d))。实验观察结果表明,三七超微粉均匀度大大高于细粉。

将不同目数范围的粉体分别作干粉和湿粉的比较,观察干粉时发现各目数范围粉体中有墨绿色和黄

棕色块状颗粒,粒度分布在 100~600  $\mu\text{m}$ (图 2(e));观察湿粉时,将一滴蒸馏水滴在 80~120 目粉末上,立即可见大量微细颗粒从大颗粒上解吸附下来迅速融入水中(图 2(f)、(g))。随着粉体粒度的减小,颗粒细化后吸附微细颗粒的量相对减少。当粒度达到 200 目以上时,吸附方式开始发生变化,出现大量微细颗粒相互吸附的现象。

有学者<sup>[5]</sup>对粉体团聚的原因进行研究发现,两球体颗粒间的分子作用力与所受重力与球径  $R$  的关系的公式可表述如下:重力  $G=4\pi R^3\rho g/3$ , 分子作用力  $F=AR/12h^2$ , ( $h=0.2\text{ nm}$ ,  $A=1\times 10^{-19}\text{ J}$ )。由此可知重力与颗粒的粒径的 3 次方成正比,所以当颗粒粒径较大时,重力的作用显著大于分子间作用力;随着颗粒粒径的减小,重力作用衰减极快,分子间作用力即表面团聚力则开始起支配作用。推而广之,包括重力在内的质量力,包括惯性力、静电力、磁力等都与颗粒粒径的 3 次方成正比,所以随着颗粒粒径的减小,衰减程度极快;反之,分子作用力、双电层静电力作用力等表面力与颗粒粒度的一次方成正比,随着粒度的减小衰减较慢。因此,在三七细粉中,粉体团聚的方式既包括重力起主要作用的大颗粒吸附微细颗粒,也包括分子作用力起主要作用的微细颗粒之间相互吸附;而对三七超微粉体而言,质量力对于颗粒的行为及运动已不再起主要作用,取而代之的是各种表面力及与表面力有关的物理力。

## 3 结论

三七含有多种化学成分,包括水溶性的皂苷类、三七素、氨基酸类,还包括脂溶性的挥发油类、甾醇类及聚炔醇类成分,将三七制成超微粉体,其基本单位是粒度均匀的微细粒子团,而每个粒子团都包含了相同比例的以上化学成分,其高度均匀性和全组分入药的特点优于三七细粉。从中医角度看,将其制成超微粉体似乎更有利于发挥三七的多系统多靶点的综合调节作用。另外,超微粉体粒度小,品质细腻,口感好,更有利于患者服用。

三七超微粉体的以上优点,使其拥有广泛的应用前景,除了可应用于散剂、颗粒剂、固体分散剂外,还可应用于膜剂、软膏剂、凝胶剂等半固体制剂,其微细颗粒更易进入人体真皮底层,促进药物的吸收。三七药材等级分类复杂。本实验研究由于条件限制,没有对三七超微粉体的原料药等级进行筛选,且仅对一批产品进行考察,还不足以说明三七超微粉体的优势,在以后的研究中,考虑可从考察三七原药材的基源问题入手,筛选产地、等级,确定合适的用药部位,作为制备三七超微粉体最合适的原料;再以粉碎细胞,促

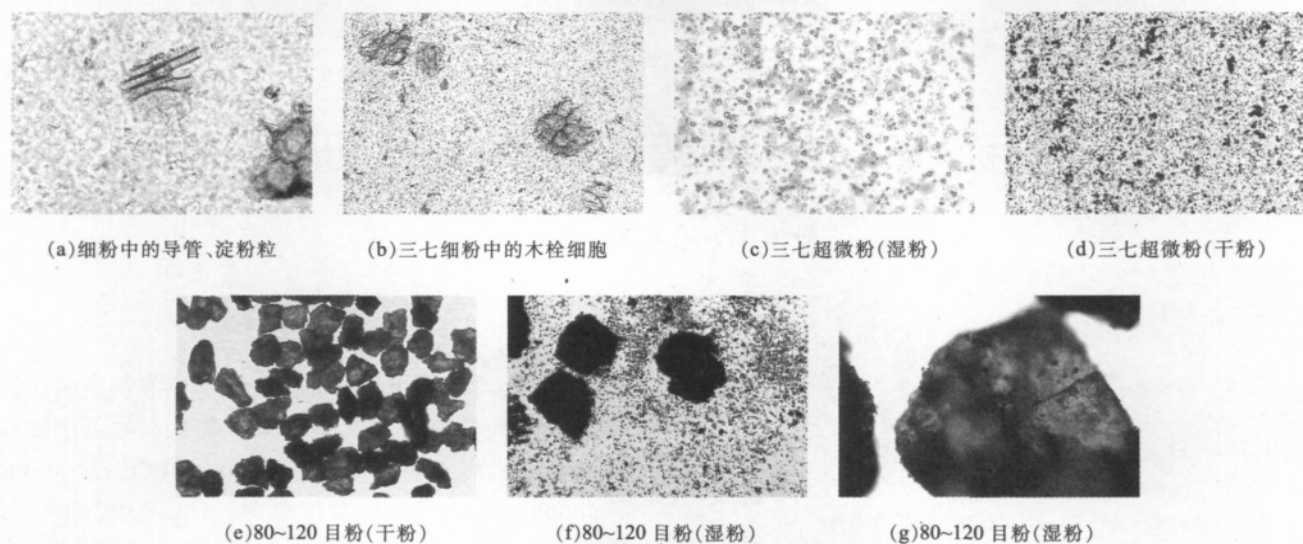


图 2 三七超微粉体、细粉及不同粒度粉体的显微形貌

Fig.2 Microscopic characters of ultrafine powder, fine powder and different mesh screen powder of *panax notoginseng*

进各种成分充分溶出与混匀为目标,对超微粉体的粒度范围进行控制,为三七超微粉体的质量控制提供更为可靠的依据。

#### 参考文献 (References):

[1] 徐月红,王宁生. 微粉化对三七质量影响的研究[J]. 中国粉体技术, 2004, 12(6): 28-30.

[2] 刘产明,杨洪元. 不同粉碎度三七体外溶出试验[J]. 中成药, 1998, 20(2): 17-18.

[3] 陈旭. 三七超微粉碎对生物体内吸收影响的初步试验[J]. 西北药学杂志, 2002, 17(5): 203-204.

[4] 李春华,林强,裴重华. 中药三七的超细粉碎工艺与产品物性研究[J]. 中国粉体技术, 2001, 12(6): 21-23.

[5] 李凤生,姜炜,付廷明,等. 药物粉体技术[M]. 北京: 化学工业出版社: 113.

## 北京粉体技术协会成立大会在京召开

2008年10月18日上午,北京粉体技术协会第一届会员大会暨成立大会在北京北科大厦隆重举行,这是目前国内各省、市率先成立的一个粉体工业技术的行业协会。

来自清华大学、北京大学、中国科学院等单位粉体相关领域产、学、研、投等专家及企业家们120多位代表共聚一堂,研究和探讨了粉体行业在测试、制备、加工等方面的发展前景和实施方案。

北京市科学技术协会党组书记、常务副主席田小平;国务院国有资产监督管理委员会研究局副局长陈国卫;中国科学院院士、中国颗粒学会副理事长李洪钟;北京市理化分析测试中心主任刘清珺分别在大会上作了重要讲话,并对协会的成立表示热烈的祝贺。

中国工业经济联合会理事牛占位主持了大会,会议听取了北京市理化分析测试中心物理室主任周素红作的北京粉体技术协会筹委会工作报告,表决通过了《北京粉体技术协会章程》,推选产生了第一届理事会。大会聘请中国科学院郭慕逊院士为名誉理事长,北京钢铁研究总院胡荣泽教授当选为理事长,北京市理化分析测试中心的物理室主任周素红当选为秘书长。上海市颗粒学会向大会发来贺电,中国颗粒学会、上海市颗粒学会、全国筛网筛分颗粒分检标准化技术委员会、北京市理化分析测试中心、英国马尔文仪器公司、华嘉(香港)有限公司、库场贸易(上海)有限公司、美国贝克曼库尔特有限公司八个单位向大会赠送了花篮。

北京粉体技术协会成立是一件重要的工作。粉体技术应用很广,以纳米技术为前沿的粉体技术,在21世纪生物工程、信息工程和新材料工程中具有极为重要的地位。北京粉体技术协会将在北京市委、市政府的领导下,为落实科学发展观、开展技术创新,为粉体工业行业的发展贡献力量。