

周玉梅, 卢伟文, 张世昂, 等. 药用三七球磨法超微粉碎能耗的试验[J]. 江苏农业科学, 2015, 43(7): 284–287.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.07.097

药用三七球磨法超微粉碎能耗的试验

周玉梅, 卢伟文, 张世昂, 韦鸿钰, 朱立学

(仲恺农业工程学院机电工程学院, 广东广州 510225)

摘要: 采用行星式球磨机对药用三七进行超微粉碎, 以节能降耗为目标, 利用单因素和正交旋转试验法设计试验方案, 并对试验数据进行多指标的综合平衡法分析和响应曲面数据分析, 综合粒径和电功 2 个指标优化出最佳球磨工艺条件为: 转速 400 r/min, 时间 90 min, 球料比 4 : 1; 建立了三七超微粉碎能耗与球磨因素之间的数学模型, 得到影响球磨机能耗的关键因素从大到小依次为时间 > 转速 > 球料比, 为提高三七超微粉碎生产率并降低能耗寻找有效途径。

关键词: 药用三七; 球磨法; 超微粉碎; 关键因素; 工艺参数; 能耗; 综合平衡法; 响应曲面

中图分类号: S567.23⁺6.09 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2015)07-0284-03

在国际能源日趋紧张、农产品加工能耗高、全球粮食短缺问题依然严重的情况下, 降低农产品加工过程中的损失率、减少农产品加工能量消耗、减轻农民和涉农产业负担, 已成为节能减排、建设富裕社会主义必须解决的科学问题。球磨机是粉磨工业领域中被广泛采用的一类粉磨设备, 球磨作业的能耗和钢耗在能源消耗上占有很大的比重, 通过建立球磨机内部状态(球料比、主轴转速)与外部参数(有功功率、球磨物料效率)之间的关系, 研究球磨物料功耗的变化规律对提高球磨物料效率、降低球磨物料能耗和费用具有重要意义^[1-2]。

三七被誉为南方人参, 是常用的大宗贵重细料中药材之一, 在我国医学、食品等领域得到普遍的应用^[3]。近年来发展起来的超微粉碎技术可以将三七加工成三七超微粉($<10\ \mu\text{m}$)甚至纳米三七粉(50 nm), 极大地提高了三七有效成分的利用率, 因而成为超微粉碎技术在中药领域应用研究的热点^[4-5]。目前对三七超微粉碎方法及工艺研究较多, 而对超微粉碎能耗的试验研究较少。因此, 本试验采用行星式球磨机对三七进行超微粉碎单因素和正交试验, 初步探讨球磨工作参数对三七超微粉碎后的粒度与能耗的关系, 确立影响三七超微粉碎能耗的关键因素; 优化三七超微粉碎工艺参数, 为三七超微粉碎的后续研究提供理论指导。

1 材料与方法

1.1 材料

采用广东众生药业股份有限公司提供的药用三七, 30 头。

收稿日期: 2014-07-16

基金项目: 广东省科技计划(编号: 2012B020313006); 广东省自然科学基金重点项目(编号: S2013020012890)。

作者简介: 周玉梅(1977—), 女, 山东海阳人, 博士, 副教授, 主要从事超硬材料工具制造及超微粉碎技术研究。Tel: (020) 89003183; E-mail: zymky@163.com。

通信作者: 朱立学, 博士, 教授, 主要从事先进制造技术与装备、农产品加工技术与装备以及农业机械化工等研究。Tel: (020) 89003068; E-mail: zhulixue@vip.tom.com。

1.2 方法

将三七于超声波清洗仪(CE-5200A)清洗三七表层灰尘, 利用电热风(GZX-9070MBE)进行 50 ℃ 干燥, 晾至常温。然后采用普通粉碎机(BJ-100)对其进行初级粉碎 10 min, 经 30 目筛网筛分, 制得粗粉样品以备超微粉碎试验用。利用行星式球磨机(QM-3SP2)对三七粗粉进行球磨粉碎, 首先利用单因素试验确定工艺参数范围, 然后设计正交旋转试验方案, 并对试验结果进行分析。采用激光粒度仪(Mastersizer 2000)检测各种球磨参数下三七粉的粒径分布。

1.3 试验设计

1.3.1 单因素试验 利用球磨机对三七粗粉进行球磨粉碎试验, 首先采用单因素控制法分析各球磨工艺参数对三七粉体粒径的影响, 初定水平分别为: (1) 球料比分别采用 4 : 1、6 : 1、8 : 1、10 : 1、12 : 1、14 : 1, 中小球质量比 1 : 6、转速 500 r/min、研磨时间 60 min。(2) 球磨机转速分别采用 300、350、400、450、500、550 r/min, 球料比 12 : 1、中小球质量比 1 : 6、研磨时间 60 min。(3) 研磨时间分别采用 30、45、60、75、90 min, 球料比 12 : 1、转速 500 r/min、中小球质量比 1 : 6。由图 1 可以看出, 球料比应当控制在(8~12) : 1 之间, 转速在 300~500 r/min 为宜, 粉碎时间为 0.75~1.50 h 为宜。

1.3.2 正交旋转试验^[6] 根据单因素试验结果确定正交旋转试验因素水平, 结果如表 1 所示。然后再确定试验方案, 得到试验建立的正交旋转设计试验, 结果如表 2 所示。

2 结果与分析

2.1 多指标的综合平衡法结果

采用综合平衡法分析(即极差分析), 使三七粒径和球磨机电功这 2 项指标都尽可能好。利用表 2 的数据整理出综合平衡统计表(表 3)。由表 3 可以看出, 粒径最优的工艺是: 球磨时间 110 min, 转速 500 r/min, 球料比是 12 : 1; 电功最优的工艺是: 球磨时间 9.5 min, 转速 232 r/min, 球料比是 14.728 : 1。

如图 2 所示, 对粒径和电功来说, 转速的极差都是最大的, 即转速是影响最大的因素, 且为 400 r/min 时最好; 时间的极差都不是最大的, 即时间不是影响最大的因素, 是较次因

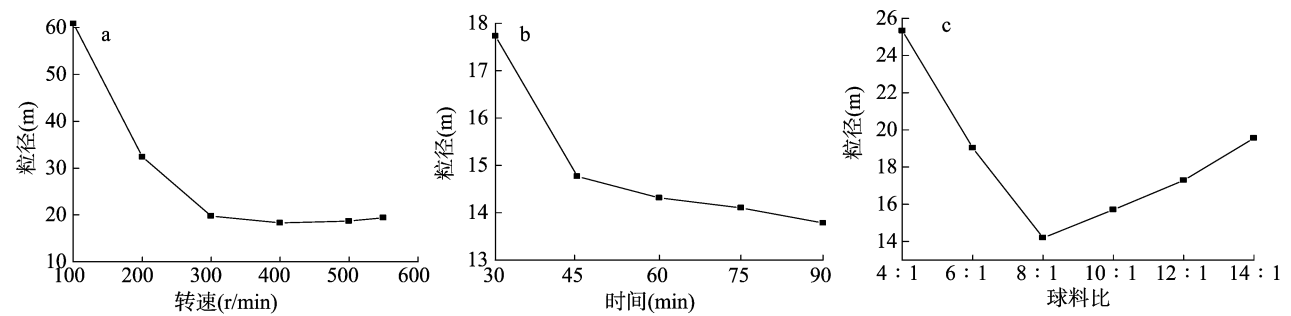


图1 球磨机转速、球磨时间及球料比对三七粒径的影响^[6]

表 1 最佳球磨工艺条件正交旋转试验设计

水平	球料比	转速 (r/min)	时间 (min)
1.682	14.728 : 1	568	110.5
1	12 : 1	500	30.0
0	10 : 1	400	60.0
-1	8 : 1	300	90.0
-1.682	5.272 : 1	232	9.5

表 2 最佳球磨工艺条件正交旋转设计试验结果

编号	球料比	转速	时间	粒径 (m)	电功 (kW · h)
1	1	1	1	50.713	0.477
2	1	1	-1	22.042	0.477
3	1	-1	1	19.382	0.78
4	1	-1	-1	18.103	0.78
5	-1	1	1	16.822	0.417
6	-1	1	-1	11.168	0.417
7	-1	-1	1	15.078	0.882
8	-1	-1	-1	40.68	0.374
9	1.682	0	0	21.239	1.418
10	-1.682	0	0	16.915	1.418
11	0	1.682	0	11.992	2.322
12	0	-1.682	0	11.338	2.322
13	0	0	1.682	21.307	0.199
14	0	0	-1.682	13.61	2.309
15	0	0	0	16.119	1.233
16	0	0	0	15.694	1.233

素,且 90 min 是最好的;球料比极差都是最小的,即是对 2 个指标影响都是最小的,且 4 : 1 时最好(图 2 - c)。因此,综合粉碎粒径和球磨所需电功最优工艺参数为:转速 400 r/min、时间 90 min、球料比 4 : 1。各个因素的主次关系为转速 > 时间 > 球料比。

2.2 能耗指标响应曲面数据分析^[7]

通过对试验数据进行响应面分析得到能耗回归模型的显著性检验、能耗综合分析和能耗回归与分析,结果如表 4、表 5 和表 6 所示。对比试验相关因素,初定球料比为非线性量。排除球料比后所得方程线性度高、可靠性非常好。

表 3 最佳球磨工艺条件试验结果综合平衡统计结果

水平	粒径(m)			电功(kW · h)		
	时间	转速	球料比	时间	转速	球料比
k ₁	24.249	67.628	25.832	0.575	0.947	1.249
k ₂	15.371	15.204	17.100	1.870	1.551	1.249
k ₃	61.307	15.787	16.822	0.199	0.968	0.417
k ₄	13.610	15.078	11.168	2.309	0.882	0.417
k ₅	15.907	67.628	20.415	1.233	0.374	1.171
极差	10.639	52.424	14.664	2.110	1.177	0.832
优方案	110.5 min	500 r/min	12 : 1	9.5 min	232 r/min	14.728 : 1

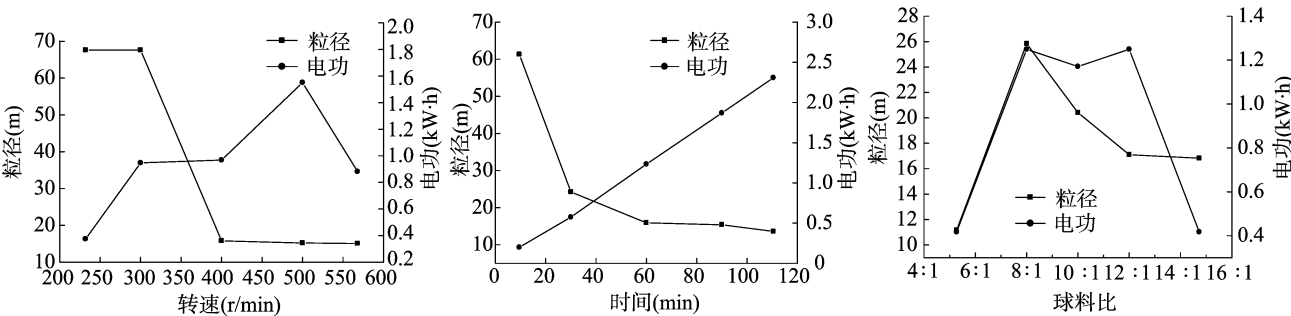


图2 球磨转速、时间和球料比对球磨粒径和电功的影响

表 4 能耗回归模型的显著性检验结果

变异来源	平方和	自由度	均方和	F 值	P 值	采用
均值 vs 总共	310 100.00	1	310 100.00	—	—	—
线性项 vs 均值	90 243.93	2	45 121.96	242.47	<0.000 1	—
交互项 vs 线性项	3 144.63	1	3 144.63	2 662.96	<0.000 1	—
二次项 vs 交互项	13.95	2	6.97	19.73	<0.000 1	建议采用
三次项 vs 二次项	4.62	3	1.54	51.33	<0.000 1	较差
残差	0.33	11	0.03	—	—	—
总变异	4 035 00.00	20	20 175.60	—	—	—

表 5 能耗综合分析结果

类型	标准偏差	R ²	R ² _{校正值}	R ² _{预测值}	预测残差平方和	采用
线性模型	13.64	0.966 1	0.962 1	0.944 2	5 209.86	—
双因素	1.09	0.999 8	0.999 8	0.999 7	26.72	—
二次方程	0.59	0.999 9	0.999 9	0.999 8	17.94	建议采用
三次方程	0.17	1.000 0	1.000 0	—	—	较差

表 6 能耗回归与方差分析结果

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	F 校正值	P 值	显著性
模型	93 402.50	5	18 680.50	52 847.81	4.69	<0.000 1	**
时间	77 972.03	1	77 972.03	220 600.00	8.86	<0.000 1	**
转速	12 737.17	1	12 737.17	36 033.91	8.86	<0.000 1	**
时间×转速	3 144.63	1	3 144.63	8 896.28	8.86	<0.000 1	**
时间 ²	10.14	1	10.14	28.70	8.86	0.000 1	**
转速 ²	2.47	1	2.47	6.99	8.86	0.019 3	*
残差	4.95	14	0.35	—	—	—	—
失拟性	4.94	4	1.24	2 471.84	4.89	<0.000 1	**
纯误差	0.01	10	0.00	—	—	—	—
总计	93 407.45	19	—	—	—	—	—

由表 4、表 5 可知,采用二次项模型对能耗的预测准确性好,能解析 99.99% 的试验数据,所以对能耗模型选择二次函数。由表 6 可知,模型、时间、转速、时间×转速、时间²、转速²、失拟性的 P 值均小于 0.01,说明其影响是极显著的。因此,本试验所得的三七能耗响应面二次回归方程的预测准确性非常高。将各变量转化为实际值得到的方程为:电功(W·h) = +8.356 75 - 0.036 872 × 时间 - 0.031 532 × 转速 +

5.557 27 × 时间 × 转速 + 1.011 71 × 时间² + 4.203 54 × 转速²。通过观察方程的系数可知,影响能耗的关键因素的重要性排序为转速 > 时间 > 球料比,这与“2.1”节的分析结果一致。此外,响应面曲面单因素分析结果如图 3 所示。由此可以看出,电功与时间和转速都成正比关系,若要降低研磨时的功耗,时间和转速都要小。

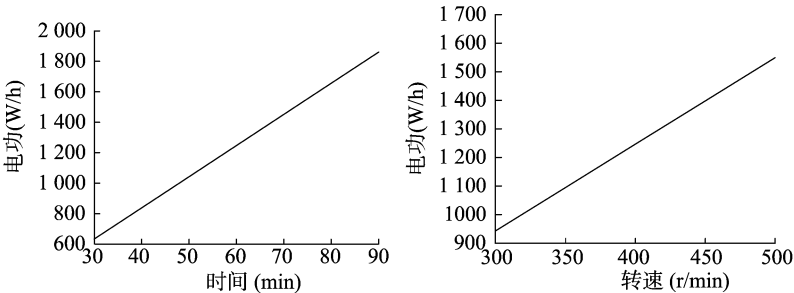


图3 时间(转速为400 r/min)和转速(时间为60 min)对电功的影响

3 结论

本研究采用行星式球磨机对三七进行超微粉碎的能耗试验,通过单因素试验,研究球磨机转速、球料比和球磨时间对三七超微粉碎粒径影响规律,确定正交旋转试验的参数取值范围:转速为 300 ~ 500 r/min,球磨时间为 0.75 ~ 1.50 h,球

料比为 8 ~ 12 : 1。通过 3 因素二次回归正交旋转组合设计试验,对粒径和电功 2 个指标进行综合平衡法分析,得出最优组合工艺参数为:转速 400 r/min、时间 90 min、球料比 4 : 1;各个因素对粒径和能耗 2 个指标的影响主次关系为:转速 > 时间 > 球料比。通过对能耗指标响应曲面数据分析得到二次回归方程为:电功(W·h) = +8.356 75 - 0.036 872 × 时间 -

王文成,林衍生,连建枝,等.金线莲根茎水提工艺优化研究[J].江苏农业科学,2015,43(7):287-290.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.07.098

金线莲根茎水提工艺优化研究

王文成^{1,2},林衍生³,连建枝⁴,张丽红^{1,2}

(1.农产品深加工及安全福建省高校应用技术工程中心,福建漳州 363000;2.漳州职业技术学院食品与生物工程系,福建漳州 363000;
3.福建医科大学附属漳州市医院药学部,福建漳州 363000;4.儒兰福建生物科技有限公司,福建漳州 363000)

摘要:以金线莲组培苗根茎为研究材料,采用超声波浸提法,选取超声波功率、浸提时间、水提温度为单因素水平,进行多糖、游离氨基酸提取工艺优化研究。结果表明:在超声波功率为 89 W、浸提时间为 68.5 min、水提温度为 79 ℃ 条件下,试验测得多糖 2.45 mg/mL,氨基酸 0.61 mg/mL,综合分值 0.952,综合评价指标最高。

关键词:金线莲;多糖;游离氨基酸;响应面法;提取工艺优化

中图分类号:TS275.4 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2015)07-0287-04

金线莲是我国南方名贵的草药,有着“金草”“神药”的美誉。近年来随着组培技术的成熟,试管苗生产得以迅猛发展,目前组培产品已占市场份额的 80% 以上。尽管如此,由于其生长周期较长,金线莲价格依旧居高不下。金线莲采用组培方式生产中,试管苗叶片部分常被加工烘干成产品进行出售,根茎部分往往由于加工后成色不好,被大量丢弃,造成极大浪费。因而非常有必要开展金线莲茎和根进行功能性物质提取研究,以提高试管苗生产效益。目前金线莲功能性物质提取研究已有报道,但多是针对金线莲本身进行单项功能物质优化提取等方面研究^[1-7],针对试管苗根、茎进行复合物质提取鲜有报道。本研究从功能性大众饮料生产角度,采用超声波浸提法对金线莲根茎部分浸提,以粗多糖、游离氨基酸含量作为评价指标,优化前处理加工工艺,为今后综合开发金线莲功能性饮料提供新思路。

收稿日期:2014-07-26

基金项目:福建省教育厅 A 类课题(编号:JA13385);漳州职业技术学院科研计划资助项目(编号:ZZY1305)。

作者简介:王文成(1982—),男,福建漳州人,硕士,讲师,主要从事功能性产物提取开发的研究。E-mail:75621278@qq.com。

通信作者:张丽红,硕士,副教授,主要从事食品工艺研发与分析的研究。E-mail:zhong1970@163.com。

$0.031\ 532 \times \text{转速} + 5.557\ 27 \times \text{时间} \times \text{转速} + 1.011\ 71 \times \text{时间}^2 + 4.203\ 54 \times \text{转速}^2$ 。本试验研究初步探索了不同因素水平下三七球磨法超微粉碎的粒径与能耗的关系,找出最优组合,但是没有分析出粒径与能耗的确切函数关系,还需要进一步研究。

参考文献:

- [1]王泽红,陈炳辰.球磨机有用功率与其工作参数关系的研究[J].中国矿业,2001,10(4):54-57.
- [2]毛益平,陈炳辰,高继森.球磨机有功功率和磨矿效率影响因素研究[J].矿冶工程,2000,12(4):48-50.

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

试验材料为金线莲组培苗的根、茎。葡萄糖、苯酚、硫酸、磷酸氢二钠、磷酸二氢钾、茛三酮、谷氨酸均为分析纯。

1.2 试验设备

紫外可见分光光度计 UV-1800PC-DS2(上海美谱达仪器有限公司);恒温水浴锅(常州国华电器有限公司);分析天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司);真空干燥箱(上海精宏实验设备有限公司);自动纯水蒸馏器(上海嘉鹏科技有限公司);九阳 JYL-D055 榨汁机(九阳股份有限公司);KQ-100VDE 台式双频数控超声波清洗器(昆山市超声波仪器公司)。

1.3 试验方法

1.3.1 试液制备 取金线莲组培苗根茎 10 kg,清洗后阴凉处沥水 12 h,以每份 100 g 为 1 组,粉碎研磨后加水定容至 1 500 mL,再进行超声波辅助提取。在不同的超声波功率、提取时间、提取温度条件下,抽取金线莲提取液后进行测定,测定重复 3 次,测量结果取平均值。

1.3.2 多糖测定 采用苯酚-硫酸法^[8]进行葡萄糖测定。

葡萄糖标准曲线绘制:精确吸取 0.10 mg/mL 的葡萄糖工作液 0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL 于 20 mL 具塞试管中,补水至 1.00 mL;各加入 5% 苯酚 0.6 mL、浓硫酸 6 mL,摇匀冷却,室温放置 20 min;以 0 号管为空白参比,于 490 nm

[3]何科.三七的药理作用研究进展[J].中国民族民间医药,2011(6):21-23.

[4]陈开文,谭涌.中药超微粉碎应用研究概况[J].中国药业,2006,15(2):75-77.

[5]苏艳丽,傅正义,张金咏,等.三七的超细粉碎研究[J].武汉理工大学学报,2005,27(1):22-24.

[6]周玉梅,卢伟文,韦鸿钰,等.三七球磨法超微粉碎工艺研究[J].食品科技,2015,40(3):95-99.

[7]陈魁.试验设计与分析[M].北京:清华大学出版社,2005:78-81.

[8]陆金.银杏机械化脱壳的动态能耗试验研究[D].广州:仲恺农业工程学院,2013:28-40.