

# 天麻超微粉碎工艺考察

易延逵<sup>1\*</sup>, 蔡光先<sup>2</sup>, 杨永华<sup>2</sup>, 方朝缙<sup>1</sup>

(1. 南方医科大学中医药学院, 广州 510515; 2. 湖南中医药大学超微工程技术中心, 长沙 410006)

**[摘要]** 目的: 优选天麻的超微粉碎工艺。方法: 以出粉率、粉末粒度  $D_{50}$ 、天麻素含量为评价指标, 采用单因素试验考察超微粉碎设备、入磨粉末粒度、入磨水份含量、粉碎时间、介质填充率、粉碎温度等对天麻超微粉碎工艺的影响。结果: 采用贝利粉碎机, 入磨粉末选择粗粉, 入磨水份 5% ~ 7%, 粉碎时间 10 ~ 15 min, 振幅 5 mm, 介质填充率 60% ~ 70%; 粉碎温度在 0 ~ 15 °C 时对天麻素含量无明显影响。结论: 制定了天麻的规范化粉碎工艺参数, 为天麻的超微粉碎应用提供参考。

**[关键词]** 天麻; 超微粉碎; 单因素试验; 天麻素

**[中图分类号]** R283.6; R283.1; R283.3 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)19-0042-03

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.2014190042

## Investigation of Ultrafine Grinding Technology of Gastrodiae Rhizoma

YI Yan-kui<sup>1\*</sup>, CAI Guang-xian<sup>2</sup>, YANG Yong-hua<sup>2</sup>, FANG Chao-zuan<sup>1</sup>

(1. College of Traditional Chinese Medicine, Southern Medical University, Guangzhou 510515, China;

2. Ultramicro Engineering Technology Center, Hunan University of Chinese Medicine, Changsha 410006, China)

**[Abstract]** **Objective:** To optimize ultrafine grinding technology of Gastrodiae Rhizoma. **Method:** Taking flour yield, particle size  $D_{50}$ , gastrodin content as indexes, single factor tests were adopted to optimize ultrafine grinding technology by taking grinding equipment, particle size of enter shatter, water content, grinding time, medium filling rate and grinding temperature as factors. **Result:** Bailey grinder was used, particle size of enter shatter selected coarse powder, water content of enter shatter controlled 5% -7%, grinding time was 10-15 min, medium filling rate was 60% -70%, there is no influence to gastrodin content in Gastrodiae Rhizoma when grinding temperature at 0-15 °C. **Conclusion:** This study establish some standardized ultrafine grinding process parameters of Rhizoma Gastrodiae, which can provide a reference for application of this herbs.

**[Key words]** Gastrodiae Rhizoma; ultrafine grinding; single factor experiment; gastrodin

超微粉碎是借助于机械力作用将固体从较大尺寸解体为较小尺寸的过程, 可达到细胞级粉碎, 有利于提高难溶性药物的溶出速度和生物利用度, 改善药物在制剂中分散性, 便于制剂的成型。超微粉碎过程分为预粉碎、超微粉碎、细胞破壁粉碎, 影响预粉碎的工艺参数包括物料性状(粒径)、水分、粉碎时间及设备等; 超微粉碎的主要工艺参数包括超微粉体粒度及得率、粉碎时间与温度及其他安全性指标。天麻系贵重药材, 一般打粉入药, 质坚实, 不易折断, 断面较平坦, 角质样。本实验取同一批天麻药

材进行超微粉碎, 以出粉率及天麻素含量为评价指标, 通过单因素试验优选工艺参数, 为该药材的工业制备提供参考。

### 1 材料

1100 系列高效液相色谱仪(美国安捷伦公司), TU-1900 型双束光紫外-可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司), BS300A 型电子天平(上海友声衡器有限公司), BS-110S 型电子天平(德国 Sartorius 公司), winner3001 型干粉粒度激光测定仪及激光粒度分析系统(济南维纳仪器有限公司),

**[收稿日期]** 20140226(010)

**[基金项目]** 广州市白云区科技计划项目(2012-KZ-85)

**[通讯作者]** \* 易延逵, 博士, 副教授; 从事药物新剂型、新技术的研究, Tel: 18874056191, E-mail: dareyyk@sina.com

FFC-15 型粉碎机(湖南雪峰机械厂),BFM-T6BI 型高频振动微粉机(济南倍力粉碎技术工程有限公司),TC-300 型流化床超音速气流粉碎分级机(四川坤森微纳科技股份有限公司),BFM-6 型贝利粉碎机(济南倍力粉碎技术工程有限公司),WF20-150 型万能粉碎机(江阴市丰英机械制造有限公司)。

天麻药材购自长沙海川医药有限公司,经湖南省中医药研究院生药室温俊达教授鉴定为 *Gastrodia elata* Bl. 的干燥块茎;天麻素对照品(批号 110807-200205,中国食品药品检定研究院),甲醇为色谱纯,水为重蒸馏水,其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 超微粉碎设备的选择**<sup>[1-3]</sup> 取天麻药材适量,干燥至水分 <7%,称取 4 份,每份 100 g,粉碎成粗粉,分别采用万能粉碎机(放 40 目筛网,粉碎过 80 目筛,未过粗末继续粉碎 1 次)、贝利粉碎机(介质填充率 70%)、气流粉碎机、振动粉碎机(介质填充率 30%)粉碎,取出,称定通过 100 目筛的粉末质量,采用干粉粒度激光测定仪及激光粒度分析系统进行观察和分析,测定  $D_{50}$ (当累计体积分数为 50% 时对应的粉末粒径)分别为 150.0,8.0,24.0,61.0  $\mu\text{m}$ ,粉碎时间依次为 160,10,30,60 min,结果以贝利粉碎机为最佳。

### 2.2 天麻素的含量测定

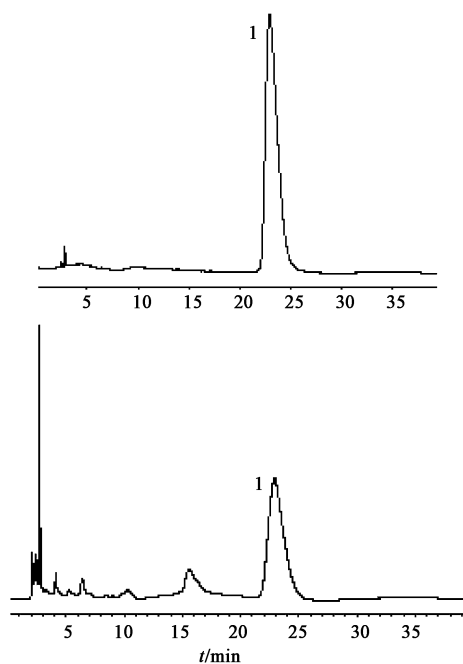
**2.2.1 色谱条件** Kromasil  $C_{18}$  色谱柱(4.6 mm  $\times$  150 mm, 5  $\mu\text{m}$ ),流动相乙腈-0.05% 磷酸溶液(3:97),检测波长 220 nm。理论板数按天麻素峰计算应不低于 5 000,见图 1。

**2.2.2 对照品溶液的制备** 精密称取于 80  $^{\circ}\text{C}$  干燥 1 h 的天麻素对照品适量,加流动相制成每 1 mL 含天麻素 50  $\mu\text{g}$  的溶液,即得。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 精密称取于 80  $^{\circ}\text{C}$  干燥的本品 0.5 g,置具塞锥形瓶中,加入稀乙醇 50 mL,称定质量,加热回流提取 3 h,放冷,加稀乙醇补足减少的质量,滤过,取续滤液 10 mL,浓缩至近干,残渣加乙腈-水(3:97)混合液溶解并转移至 10 mL 量瓶中,加混合液稀释至刻度,摇匀,即得。

**2.2.4 线性关系考察** 精密吸取对照品溶液 2.5, 5,10,15,20  $\mu\text{L}$ ,按 2.2.1 项下色谱条件测定,以进样量为横坐标,峰面积积分为纵坐标,得回归方程  $Y = 1.16 \times 10^6 X + 2\ 537.41$  ( $r = 0.9998$ ),线性范围 0.25 ~ 2  $\mu\text{g}$ 。

### 2.3 超微粉碎工艺参数考察



A. 对照品;B. 供试品;1. 天麻素

图 1 天麻超微粉 HPLC

机一般振幅 4 ~ 6 mm,粉碎天麻等脆性较强药材时,振幅一般选择 5 mm,振动频率一般设定 100 Hz。

**2.3.1 入磨粉末粒度** 贝利高频振动粉碎机的粉碎原理是利用高强度振动使物料在磨筒内受到高加速度撞击、切搓,可在极短时间内达到理想的粉碎效果;物料在粉碎过程中呈流态化,使每一个颗粒具有相同的运动状态,从而达到超微粉碎的目的。超微粉碎前,物料要进行粗粉碎,若粉碎过细,一方面粗粉碎出粉率会大大降低,耗时耗能;另一方面粉末表面能增加,易产生团聚,增加超微粉碎的耗能;若粉碎过粗,则会延长二次粉碎的时间。称取天麻药材 3 份,每份 200 g,分别粉碎为最粗粉、粗粉、细粉,干燥至水分约 5% ~ 7%,置高频振动磨中,振动 10 min,粉碎温度 1 ~ 15  $^{\circ}\text{C}$ ,振幅 5 mm,介质填充率 60%,结果测得出粉率分别为 97.5%, 94.0%, 90.0%,  $D_{50}$  依次为 72.5, 37.0, 35.0  $\mu\text{m}$ ,故将入磨粉末控制为粗粉为宜。

**2.3.2 入磨水分** 称取天麻药材粗粉 200 g,共 5 份,分别干燥至水分约 5%, 7%, 9%, 11%, 13%,置高频振动磨中,振动 10 min,粉碎温度 1 ~ 15  $^{\circ}\text{C}$ ,振幅 5 mm,介质填充率 60%,结果  $D_{50}$  分别为 26.0, 31.0, 58.0, 76.0, 80.0  $\mu\text{m}$ ,表明入磨水分为 5% ~ 7% 时,  $D_{50}$  变化曲线较平缓,而当入磨水分 > 9%,  $D_{50}$  呈急剧增长趋势,提示水分越高,粉碎效果越差,故将水分控制在 5% ~ 7% 为宜。

**2.3.3 粉碎时间** 称取天麻药材粗粉 200 g, 共 5 份, 干燥水分控制在 5% ~ 7%, 置高频振动磨中, 分别粉碎 5, 10, 15, 20, 25 min, 粉碎温度 1 ~ 15 °C, 振幅 5 mm, 介质填充率 60%, 结果  $D_{50}$  分别为 72.0, 37.0, 36.0, 35.0, 34.0  $\mu\text{m}$ , 说明粉碎 10 min 时, 即可达到超微粉粒度要求, 之后随着时间的延长, 粒度变化不大, 故选择粉碎时间 10 ~ 15 min。

**2.3.4 粉碎温度** 粉碎过程中高频振动磨会不断产生热量, 冷却水处于循环状态, 因此粉碎温度常在一定范围内上下浮动。称取天麻药材粗粉 200 g, 共 3 份, 选择粉碎温度 0 ~ 15 °C, 结果  $D_{50}$  分别为 36, 35, 35  $\mu\text{m}$ 。测定各批次药材与微粉中天麻素质量分数分别为 1.69% 和 1.68%, 表明天麻素含量无明显变化。

**2.3.5 介质填充率** 称取天麻药材粗粉 200 g, 共 5 份, 干燥水分控制在 5% ~ 7%, 置高频振动磨中, 振动 10 min, 粉碎温度 1 ~ 15 °C, 振幅 5 mm, 介质填充率分别为 40%, 60%, 70%, 80%, 90%, 结果  $D_{50}$  分别为 34.0, 35.0, 35.0, 36.0, 71.0, 82.0  $\mu\text{m}$ , 表明介质填充率对超微粉碎效果无明显影响, 故选择 60% ~ 70% 为宜。

### 3 讨论

超微粉体技术已被广泛应用于医药、食品、化工等领域<sup>[5]</sup>, 王亮等<sup>[3]</sup>利用超微粉体技术考察了牡蛎超微钙片产品的中试生产, 达到了预定目标。张昕等<sup>[6]</sup>利用高温蒸煮技术对猪骨处理后进行超微粉碎, 通过检测高温处理的猪骨硬度和利用扫描电镜观察猪骨泥的微观粒度大小, 分析高温蒸煮技术对超微猪骨泥粉碎粒度和主要成分含量的影响, 结果发现利用胶体磨进行超微细粉碎, 可使骨泥颗粒均匀, 粒度的超微细化达到 25 ~ 40  $\mu\text{m}$ , 处理后的猪骨泥更利于人体吸收, 提高补钙效果。余勃等<sup>[7]</sup>采用超微粉碎机组对茶花粉进行细胞破壁试验, 结果表明该方法具有粉碎效率高、操作简便、粉体粒径小而均匀等优点。

湖南省中医药研究院进行了“单味中药超微速溶饮片”项目的系统研究, 包括超微饮片的工艺、粒

径控制、指纹图谱等, 为单味中药超微饮片的产业化提供了广泛的试验依据; 同时对 400 种中药配方超微饮片的质量标准进行了规范化研究, 建立了 340 种中药配方超微饮片的质量标准, 并在湖南春光九汇现代中药有限公司实现了产业化<sup>[8]</sup>。济南倍力粉技术工程有限公司采用动态优化技术研制了贝利微粉机, 有效地解决了粉体装备的动态优化问题, 为粉体技术工艺的应用提供了可靠保证。公司以粉体工程技术与中医药结合为切入点, 在国内外首先提出了“中药细胞级微粉碎理论”并将超微粉体技术应用到愈风宁心片等的研究<sup>[9]</sup>。本文采用单因素试验考察天麻的超微粉碎工艺, 工艺参数包括入磨粉末粒度、入磨水分、粉碎时间、粉碎温度、介质填充率等, 试验设计较为全面, 可为天麻的工业化生产提供实验数据。

### [参考文献]

- [1] 吴益群, 郁正刚, 赵健. 超微粉碎牛骨粉的研究[J]. 食品工业, 2012, 32(9): 72.
- [2] 吴益群, 郁正刚, 赵健. 七味胃痛胶囊超微粉碎的生产工艺研究[J]. 青海医药杂志, 2011, 41(6): 59.
- [3] 王亮, 张慙, 孙金才, 等. 牡蛎壳超微粉碎工艺及粉体性质[J]. 无锡轻工大学学报, 2004, 23(1): 58.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 89.
- [5] 王艳萍, 刘宇灵, 杨立新, 等. 超微粉碎技术对三七药材粉碎效果及有效成分含量的影响[J]. 中国中药杂志, 2014, 39(8): 1430.
- [6] 张昕, 赖莹, 李晓东. 前处理技术对超微粉碎猪骨泥粒度影响的研究[J]. 食品工业科技, 2009, 30(11): 58.
- [7] 余勃, 陆豫, 郑颖洁. 茶花粉超微粉碎破壁工艺优化[J]. 食品科学, 2009, 27(22): 271.
- [8] 孙建国, 易延逵, 蔡光先, 等. 中药超微粉碎技术研究及应用的现状和思考[J]. 湖南中医杂志, 2010, 26(6): 115.
- [9] 苏瑞强, 何煜, 林峰, 等. 超微粉碎技术提高愈风宁心片溶出度的研究[J]. 中成药, 2002, 24(3): 167.

[责任编辑 刘德文]