

固体粉料在生产型卧式双轴桨叶混合机上的混合效果研究

Study of mixing effect of solid powder in horizontal plant-size twin-shaft paddle mixer

黄朝霞 吴晓春 陈巧虹

HUANG Zhao-xia WU Xiao-chun CHEN Qiao-hong

(完美〔中国〕有限公司研发中心, 广东 中山 528402)

(Research and Development Center of Perfect (China) Co., Ltd., Zhongshan, Guangdong 528402, China)

摘要: 采用一台生产型易清洗双轴桨叶式混合机与 V 型混合机进行混合对比试验, 示踪物添加比例为 0.1%, 试验结果显示, 同样比例的物料, 卧式双轴桨叶混合机在混合 180 s 时变异系数可达 3% 以下, V 型混合机在 20~25 min 时变异系数可达 4% 以下。但设备设计上应考虑适应不同的物料。

关键词: 固体粉料; 混合; 卧式双轴桨叶混合机; V 型混合机; 混合均匀度

Abstract: The contrast mixing experiments of easy-clean, plant-scale twin-shaft paddle mixer and V-type mixer with one over ten thousand of the tracer were carried out. The results showed that the coefficient of variation of horizontal twin-shaft paddle mixer was under 3% after 180 s mixing, while that of V-type mixer was under 4% after 20~25 min mixing. However, the different characteristics of materials should be considered in the design of this equipment.

Keywords: solid powder; mixing; horizontal twin-shaft paddle mixer; V-type mixer; mixing homogeneity

固体饮料(包括配方奶粉)、保健食品与药品的固体制剂(包括片剂、胶囊剂、颗粒剂、粉剂)都需要对多组分固体粉料进行混合, 配方中成分多的占比可达 80%~90%, 成分少的占比不到 1%, 形态上有粉末状、颗粒状和片状, 物料特性上有易流动物料、黏性物料、易结团物料、流动性差物料等。目前中国在固体粉料的混合工序使用较多的混合机有双锥混合机、V 型混合机、三维运动混合机、二维运动混合机, 以及方锥料斗混合机等, 均为重力混合机^[1-2]。这些混合机存在混合效率低, 混合时间长, 差异大的物料无法一次混合均匀

的问题。由于混合机内没有搅拌桨, 易结团、流动性差或黏性的物料无法一次混合均匀。混合比例较大的物料常使用等量递加或预混的方法达到混合均匀的目的, 特别是混合贵重药品时更要注意^[3]。

与其它混合机型相比, 双轴桨叶式混合机具有混合能力强、速度快(一般物料, 其批批量混合时间为 30~120 s)、混合精度高、残留量小(0.5% 左右)、能耗较低、适用范围广等特点^[4]。双轴桨叶式混合机在混合作业时, 不受物料密度、粒度、形状等的影响, 不产生离析和分级, 粉料间配比低至 1:10 000 时, 或液体添加量达 20% 以上时, 可以保证均匀混合, 而且混合过程柔和, 不破坏物料原始物理特性, 其混合均匀度变异系数 $CV < 5\%$, 最佳可达 3% 以下^[5-6], 该设备已广泛应用于饲料行业, 中国的大中型饲料生产企业的生产线基本上选择的是双轴桨叶式混合机^[4]。中国双轴桨叶式饲料混合机样品检测的平均净混合时间为 142.2 s, 混合均匀度为 95.61%, 自然残留率为 0.632%^[4]。但食品药品领域未见有报道使用这种设备, 可能是该搅拌机中搅拌桨存在清洁死角, 难以清洁, 要达到 GMP 要求的洁净度, 往往需人工长时间清洁, 还不一定达到要求, 导致混合速度快的优点无法发挥。

国外对双轴桨叶式混合机进行了改进^[7], 搅拌桨可以拉出仓体清洁, 解决了清洁死角的问题, 使清洁时间大大缩短, 清洁后推回去, 仍可以保持密封状态。雀巢、达能、美赞臣、可口可乐等都用了此种设备, 中国少数乳粉生产厂家已开始引进使用。

现针对生产中经常遇到的颗粒与粉末混合、易结团物料混合不均的问题, 采用一台荷兰迪尼森飞马® (Dinnissen Pegasus®) 卧式双轴桨叶式混合机与一台小型 V 型混合机进行对比试验研究。

基金项目: 国家科技支撑计划(编号:2012BAD33B00)

作者简介: 黄朝霞(1964—), 女, 完美(中国)有限公司研发中心工程师, 硕士。E-mail: julia@perfect99.com

收稿日期: 2017-01-27

1 试验设备及检测仪器

1.1 试验设备

1.1.1 生产型卧式双轴桨叶式混合机 使用一台生产型荷兰迪尼森飞马®卧式双轴桨叶式混合机试验,设备有两根轴,每根轴上有4个搅拌桨、8个桨叶,启动时,混合机利用两根轴身反方向转动,带动搅拌轴上的桨叶将物料搅拌混合,搅拌时粉料呈沸腾状态,同时进行扩散混合、剪切混合和对流混合,混合效率高,且搅拌桨可以拉出来清洁,使清洁时间大大缩短,清洁后推回去,仍可以保持密封。一种同类型的卧式双轴桨叶式混合机(每轴3个搅拌桨)拉出清洁状态见图1。清洁完成,将双轴推回舱内,混合时双轴向内转动,桨叶将物料搅起使物料成为沸腾状态,可以快速地物料混合均匀,混合状态见图2,混合结束,下部出料舱盖打开,物料落到收料斗和收料袋中。

试验用设备标称容积400 L,最小装料量100 L,最大装料量500 L,最大装料重量360 kg,搅拌轴转速53.1 r/min,桨边沿线速度1.78 m/s。

1.1.2 V型混合机 142 L小型不对称V型混合机,C415590型,美国Patterson-Kelley. Co, Ltd,筒体转速17 r/min。

1.2 检测仪器

粉体流动测试仪:PFT3230型,美国Brookfield公司;

紫外可见分光光度计:UV-2550型,日本岛津公司;

pH电导率仪:S40型,美国Mettler Toledo公司。



图1 双轴桨叶式混合机

Figure 1 Twin-shaft paddle mixer



图2 双轴桨叶式混合机的混合工作状态图

Figure 2 Mixing state of twin-shaft paddle mixer

2 颗粒与粉末混合均匀性试验

2.1 试验材料

柠檬酸颗粒:异麦芽酮糖醇3.0%,无水柠檬酸1.0%,麦芽糊精5.5%,聚维酮K30 0.5%,60%乙醇适量,在湿法制粒机中制粒,烘箱干燥,将颗粒过筛,制备出40目以上颗粒待用;

无水葡萄糖粉:食品级,广州市四海伟业贸易有限公司;

麦芽糊精:食品级,法国罗盖特公司;

胭脂红:食品级,上海染料研究所,作示踪物,粒度100目以下,添加比例为1:10 000。

2.2 混合均匀性评定方法及检测方法

混合均匀度是用来评定物料混合质量的一种指标,现在国际上多采用“变异系数”(coefficient of variation, CV)来作为混合均匀度的评定指标,其计算式为

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

CV——混合物样本示踪物吸光度的变异系数,%;

s——混合物样本示踪物吸光度的标准差;

\bar{x} ——混合物样本示踪物吸光度的平均值。

变异系数越小,则混合均匀度越好,理想混合状态下, $CV \rightarrow 0$ 。所以从某种意义上讲变异系数表示的是不均匀程度^[5]。

示踪物胭脂红检测方法:精密称取5 g样品于锥形瓶中,加水后于电加热板加热溶解,再定容于50 mL容量瓶,最后在508 nm处测其吸光度,其中以未加胭脂红的混合料为空白样品^[8]。

pH检测方法:取定容后的溶液于pH测试仪上测定。

2.3 试验内容

2.3.1 双轴桨叶式混合机混合试验

(1) 第一次试验:将200 L麦芽糊精、50 L 20~40目的柠檬酸颗粒及0.01%的胭脂红投入双轴桨叶式混合机中混合,在混合30,60,90,120,150,180,210 s时分别按对角法分上下两层取样,每次取18个样,检测胭脂红吸光度,计算变异系数CV。

试验过程中发现,混合后打开盖子,粉尘较大,设备表面黏附一层粉末,稍有振动,粉末纷纷下落,取样检测,计算结果分别见图3~5,总体取样点检测结果变异系数高达24.3%,其中,上层样品检测结果变异系数达25.9%,下层样品检测结果变异系数均小于3.5%,即上层混合均匀性差,下层混合均匀性好,总体混合均匀性不好。

此种设备依靠搅拌桨对粉料的搅动达到混合的目的,搅动时物料呈沸腾状态,设备侧视图见图6,顶部空间较小,易飞扬或粉末粒度较小(150目以上)的物料被抛到上面后,由于静电作用粘附在设备表面(顶部、壁面),与整体物料并未充分混合,混合结束打开设备盖子产生了振动,掉落到混合后物料表面,取样时被取出来检测,影响了测量的精确度。本机最大装料量500 L,本次试验装料量250 L,是最大装料

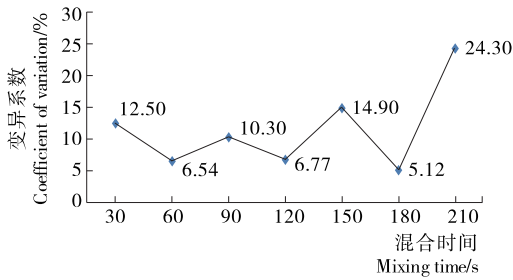


图 3 双轴桨叶式混合机总体取样点胭脂红检测结果的变异系数

Figure 3 Coefficient of variation of total test results of ponceau 4R of twin-shaft paddle mixer

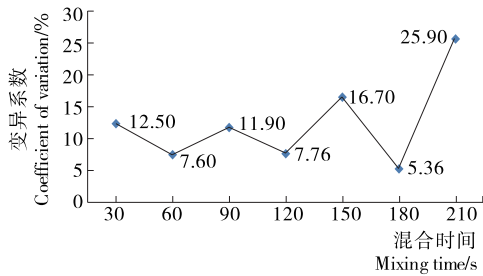


图 4 双轴桨叶式混合机上层取样点胭脂红检测结果的变异系数

Figure 4 Coefficient of variation of test results of ponceau 4R of the upper samples of twin-shaft paddle mixer

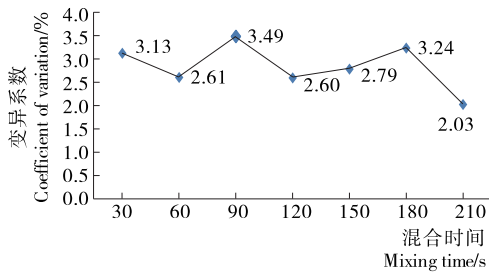


图 5 双轴桨叶式混合机下层取样点胭脂红检测结果的变异系数

Figure 5 Coefficient of variation of test results of ponceau 4R of the lower samples of twin-shaft paddle mixer

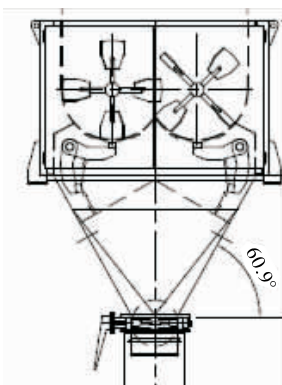


图 6 双轴桨叶式混合机侧视图

Figure 6 The side view of twin-shaft paddle mixer

量的 50%，充满系数 27.8%，还未达到卧式双轴搅拌混合机一般的充满系数(60%~70%)^[9]，说明此种设备不适于含大量易飞扬的物料的混合，因为容易导致混合不均匀。

张麟等^[10]设计的双轴桨叶式混合机的混合室由 V₁ 和 V₂ 两部分组成(见图 7)，比本研究使用的 Dinnissen 混合机多了上半部分，使得易飞扬物料有一个飞扬和飘落的空间，避免物料粘在壁顶造成混合不均的现象，故其在设计上优于迪尼森飞马®卧式双轴桨叶式混合机。

为降低物料飞扬对混合结果造成的影响，选用不易飞扬的物料，减少易飞扬物料的用量。图 8、9 是用美国 Brookfield 粉体流动测试仪测出的无水葡萄糖粉和麦芽糊精的松装密度曲线及流动函数曲线，在流动函数曲线中，由左至右的 4 条过原点的直线划分为 5 个区域，从左至右分别是 不流动区、很黏结区、黏结区、容易流动区、自由流动区。由图 8 可知，无水葡萄糖粉比麦芽糊精重；由图 9 可知，无水葡

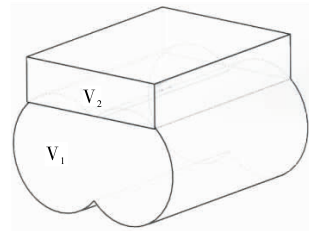


图 7 卧式双轴桨叶式混合机混合室结构简图

Figure 7 Structure diagram of mixing chamber of horizontal twin-shaft paddle mixer

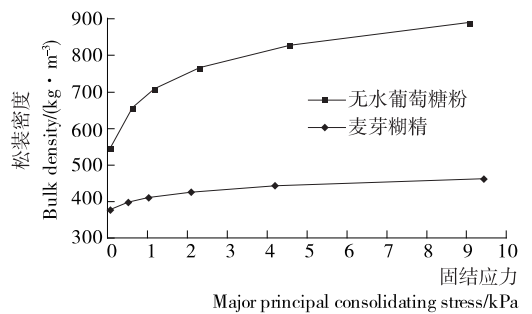


图 8 无水葡萄糖粉和麦芽糊精的松装密度曲线

Figure 8 Bulk density curves of anhydrous glucose powder and maltodextrin

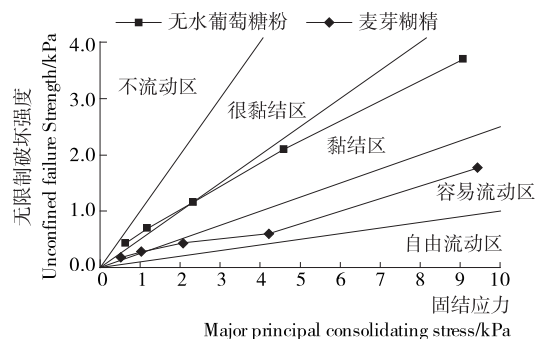


图 9 无水葡萄糖粉和麦芽糊精的流动函数曲线

Figure 9 Flow function curves of anhydrous glucose powder and maltodextrin

葡萄糖粉主要处于黏结区域、麦芽糊精处于容易流动区,即无水葡萄糖粉易黏结、流动性差、不易飞扬,故减少麦芽糊精的用量、增加无水葡萄糖粉进行后续试验。

(2) 第二次试验:将 100 L 无水葡萄糖粉、50 L 麦芽糊精、50 L 40 目以上的柠檬酸颗粒及 0.01% 的胭脂红投入双轴桨叶式混合机中混合,在混合 30, 60, 90, 120, 150, 180, 210 s 时分别按对角法取样,每次取 11 个样,测 pH 值、胭脂红吸光度,计算变异系数 CV。在不同混合时间下胭脂红、pH 检测结果的变异系数见图 10、11。由图 10 可知,180 s 后变异系数已达到 3% 以下,说明已混合均匀。由图 11 可知,变异系数在 1% 以下,说明柠檬酸颗粒已混合均匀。

2.3.2 V 型混合机混合试验 将 20 L 无水葡萄糖粉、10 L 麦芽糊精、10 L 40 目以上的柠檬酸颗粒及 0.01% 的胭脂红投入 V 型混合机中混合,在混合 5, 10, 15, 20, 25, 30 min 时分别按对角法取样,每次取 5 个样,测 pH 值、胭脂红吸光度。检测结果的变异系数见图 12、13。由图 12 可知,在 20, 25 min 时混合均匀度最好,变异系数达到 3.5% 以下,随着混

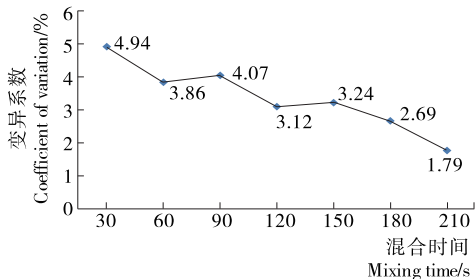


图 10 双轴桨叶式混合机胭脂红检测结果的变异系数

Figure 10 Coefficient of variation of test results of ponceau 4R of twin-shaft paddle mixer

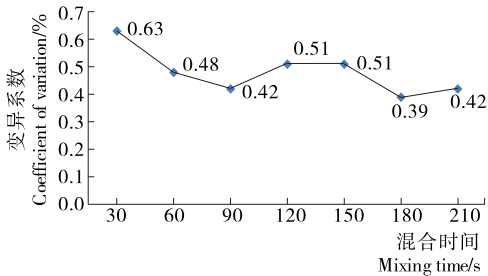


图 11 双轴桨叶式混合机 pH 检测结果的变异系数

Figure 11 Coefficient of variation of test results of pH of twin-shaft paddle mixer

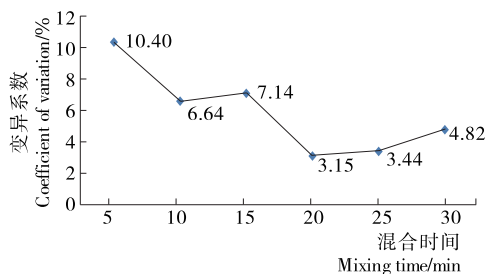


图 12 V 型混合机胭脂红检测结果的变异系数

Figure 12 Coefficient of variation of test results of ponceau 4R of V-type mixer

合时间的延长,变异系数增加,可能是物料重新分层导致^[3]。

3 易结团物料的混合均匀性试验

3.1 试验材料

燕麦粉:食品级,广州赢特保健食品有限公司,易结团物料,棕灰色;

无水葡萄糖粉:食品级,广州市四海伟业贸易有限公司,白色;

糊精:食品级,曲阜市天利药用辅料有限公司,本白色。

3.2 试验内容

3.2.1 双轴桨叶式混合机混合试验

(1) 试验方法:将燕麦粉 60 L 与无水葡萄糖粉 40 L、糊精 50 L 投入双轴桨叶式混合机中混合,在混合 30, 60, 90, 120, 150, 180 s 时分别按对角法取样约 50 g,每次取 11 个样,平铺在白色 A4 纸上观察是否有深色斑点。

(2) 试验结果:混合 30, 60, 90 s 的样品均有深色斑点;如图 14 所示,混合 90 s 的样品有 2 个深色斑点;混合 120 s 的 11 个样品有 1 个有深色斑点,其它 10 个没有深色斑点;混合 150, 180 s 的样品均没有深色斑点,由此说明这些物料在双轴桨式混合机中混合 150 s 时已均匀。

3.2.2 V 型混合机混合试验

(1) 试验方法:将燕麦粉 12 L 与无水葡萄糖粉 8 L、糊精 10 L 投入 V 型混合机中混合,在混合 5, 10, 15, 20, 25, 30 min 时分别按对角法取样约 50 g,每次取 5 个样,平铺在白色 A4 纸上观察是否有深色斑点。

(2) 试验结果:混合 5, 10 min 样均有深色斑点、混合 15, 20 min 样中各有 1 个有深色斑点,其余 4 个没有深色斑点,混合 25, 30 min 的样品均无深色斑点,由此说明这几种物料在 V 型混合机中混合 25 min 时已均匀。

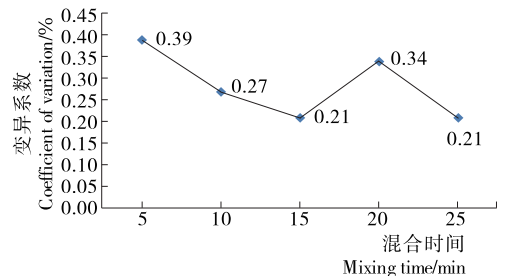


图 13 V 型混合机 pH 检测结果的变异系数

Figure 13 Coefficient of variation of test results of pH of V-type mixer



图 14 混合 90 s 的样品状态图

Figure 14 The sample mixed state after 90 s

(下转第 163 页)

表2可知,抑制率依次是阿卡波糖>乙酸乙酯相>水相>大孔树脂纯化品>正丁醇相>粗品>过柱液。可以看出明日叶乙酸乙酯对 α -葡萄糖苷酶有很好的抑制作用,在0.5 mg/mL时,其抑制率能达85%,与阿卡波糖的抑制作用相差不多。因此,对 α -葡萄糖苷酶抑制活性最强部位为乙酸乙酯部位,由于乙酸乙酯总黄酮含量高达73%,总多酚含量达27%,推测其活性物质可能为黄酮、多酚物质。可以从乙酸乙酯相进一步分离其活性物质,此外,水相部位黄酮、多酚含量低于大孔树脂后样品,但其 α -葡萄糖苷酶抑制活性却高于大孔树脂纯化后的样品,说明水相中存在非黄酮、多酚的活性物质,有待进一步深入研究。

3 结论

明日叶不同极性溶剂萃取物均有较强的还原能力并能有效地清除DPPH、ABTS自由基,具有良好的抗氧化活性,抗氧化活性最强的是黄酮、多酚含量最高的乙酸乙酯相,其他萃取物的抗氧化活性强弱顺序均与总黄酮、总多酚的含量大小顺序一致,即抗氧化活性与总黄酮、总多酚含量呈正相关关系,说明明日叶中总黄酮、总多酚是主要的抗氧化成分之一。在对 α -葡萄糖苷酶的抑制活性测定中,发现,不同极性萃取物均有一定的抑制活性,其中总黄酮含量最高的乙酸乙酯相萃取物活性最高,与阿卡波糖的抑制效果相当,其次,水相萃取物的抑制活性也较强,但黄酮含量不高,说明在水相萃取物中可能含有其他的活性物质,有待进一步研究。通过对明日叶不同极性萃取物的抗氧化活性和对 α -葡萄糖苷酶的抑制活性测定证实明日叶中的活性最强的部位在乙酸乙酯相,可通过进一步的分离纯化得到有效成分,为明日叶产品的开发利用提供理论依据。

参考文献

[1] 吴敬章,王磊,张菊平.明日叶的价值及其开发利用[J].中国野

生植物资源,2015,34(5):60-61.

- [2] YANG Meng, JING Yi-zhong, HE Sun. Effect of *Angelica keiskei* chalcone on the expression of apoptosis-regulating proteins of mice hepatocarcinoma cells [J]. Chinese-German Journal of Clinical Oncology, 2011, 10(6): 325-327.
- [3] ENOKI T, OHNOGI H, NAGAMINE K, et al. Antidiabetic activities of chalcones isolated from a Japanese Herb, *Angelica keiskei* [J]. Journal of agricultural and food chemistry, 2007, 55(15): 6 013-6 017
- [4] 刘畅,王正武,吴金鸿.药食兼用植物明日叶的研究进展及应用[J].食品与药品,2015,15(3):205-209.
- [5] HU Yao-ming, CHU Dong-hai. Study on Ultrasonic extraction of total flavonoids from *Angelica keiskei* Koidzumi [J]. Agricultural Biotechnology, 2016, 5(3): 6-8.
- [6] 郭晓青,吴金鸿,周焱富,等.明日叶水溶性总黄酮提纯工艺[J].食品科学,2012,33(22):27-32.
- [7] 刘程程,韦万丽,廖莉玲.6种黔产清热类中草药主要抗氧化成分的含量[J].贵州农业科学,2012,40(2):41-43
- [8] 崔紫蛟,张彩云,刘彬彬,等. Folin-Ciocalteu 比色法测定甜茶总多酚含量[J].贵州农业科学,2014,42(3):158-160.
- [9] 鄯佩娟,段旭昌,王敏,等.长裂苦苣菜甲醇提取物各极性成分的抗氧化活性研究[J].食品工业科技,2016,37(16):146-150.
- [10] 曹清明,郭靖宇,钟海雁,等.油茶叶中黄酮的超声辅助提取及其抗氧化活性研究[J].食品与机械,2015,31(3):162-166.
- [11] 欧阳凯,何先元,陈飞,等.四齿四棱草总皂苷提取工艺优化及抗氧化性研究[J].食品与机械,2016,32(7):141-145.
- [12] 李晨悦,李冬利,孙玉坤,等.筋菜提取物及其化学成分对 α -葡萄糖苷酶的抑制作用[J].食品工业,2016,37(4):164-166.
- [13] 李培.山药多糖对 α -葡萄糖苷酶的抑制作用动力学研究[J].食品与机械,2016,32(7):14-17.
- [14] 尹红力,赵鑫,佟丽丽,等.黑木耳多糖体外和体内降血糖功能[J].食品科学,2015,36(21):221-226.

(上接第83页)

4 结论

以上结果可以看出,对于相同的物料比例,双轴桨叶式混合机的混合时间一般约为150~180 s,而V型混合机的混合时间约为25 min,双轴桨叶式混合机比V型混合机的混合效率高很多;对于配方比例低至1:10 000的极少量物料,也可以在该设备上一次混合均匀。利用该设备对多组分粉料特别是混合比例相差较大的粉料进行混合,可以减少目前常用的等量递增或预混的方法,避免混合过程中的二次污染;在批量生产时可以节省生产时间,提高效率,降低成本。

在设备设计上,应考虑到搅拌桨掀起的物料飞扬到仓顶被吸附的问题,张麟等^[10]的设计充分考虑了物料飞扬的空间,避免了吸附的问题;Dinnissen 专为食品行业开发的易清洗混合机,将搅拌桨拉出来清洗解决了清洗死角和清洁效率的问题,值得中国公司借鉴。

参考文献

[1] 田耀华.制药工业粉体混合设备选用探讨[J].机电信息,2006

(17):14-19.

- [2] 查国才.混合设备在固体制剂中的发展与应用[J].医药工程设计,2007,28(5):41-44.
- [3] 崔福德.药剂学[M].2版.北京:中国医药科技出版社,2011:382.
- [4] 葛一健.我国双轴桨叶式饲料混合机生产现状及产品质量分析[J].渔业现代化,2012,39(5):53-56.
- [5] 任广跃,王红英,于庆龙,等.翻转卸料双轴桨叶饲料混合机工作性能试验研究[J].农业工程学报,2003,20(2):132-135.
- [6] 任广跃,王红英,于庆龙,等.双轴桨叶式混合机的混合性能及其发展前景分析[J].粮食与饲料工业,2003(7):23-31.
- [7] 飞马®混料机—首创推拉式驱动器用户操作手册[Z].[出版地不详]:迪尼森有限公司,2012:18.
- [8] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. GB 1886.220—2016 食品安全国家标准 食品添加剂 胭脂红[S].北京:中国标准出版社,2017:5.
- [9] 崔冬,王宇航,赵玉良.浅谈双轴卧式叶片混合机的设计[J].砖瓦世界,2013(12):28.
- [10] 张麟,谢宏.卧式双轴桨叶式混合机的结构特点及设计[J].饲料工业,1998,19(3):26-28.