

文章编号:1001-6880(2017)8-1328-05

霍山石斛超细粉体特性研究

张珍林*, 殷智超

皖西学院生物与制药工程学院, 六安 237012

摘要:比较不同粒径霍山石斛超细粉的物理性质。结果表明, 霍山石斛超细粉体的流动性、润湿性、松密度、持水力、膨胀力及溶解性均显著提高; 显微镜及电镜分析表明超细粉的细胞破碎程度更大, 粒度更小, 形状更不规则。霍山石斛超细粉可广泛应用于保健食品和药品行业, 有利于提高体内利用率。

关键词:霍山石斛; 超细粉碎; 物理性质; 显微特性; 电镜扫描

中图分类号:S58

文献标识码:A

DOI:10.16333/j.1001-6880.2017.8.012

Characteristics Investigation of *Dendrobium huoshanense* Ultrafine Powder

ZHANG Zhen-lin*, YIN Zhi-chao

College of Biotechnology and Pharmaceutical Engineering, West Anhui University, Liuan 237012, China

Abstract: To compare the physical properties of ultrafine *Dendrobium huoshanense* Powder with different levels of granularity. The results showed that ultrafine comminution increased the flowability, wettability, bulk density, water-holding ability, expansibility and solubility of *D. huoshanense* powder. *D. huoshanense* ultrafine powder had greater degree of cell disruption, smaller particle size and more irregular shape than submicron powder. Ultrafine *D. huoshanense* powder was widely used in health food and pharmaceutical industries, help to improve the higher bioavailability.

Key words: *Dendrobium huoshanense*; ultrafine powder; physical properties; microscopic characteristics; scanning electron microscope

霍山石斛, 俗称米斛, 是兰科石斛属的草本植物, 主产于大别山区的安徽省霍山县, 是石斛中的极品^[1]。《本草纲目》记载有很强的药用价值; 《道藏》将其列为中华“九大仙草”之首; 我国《地理标志产品保护规定》对霍山石斛实施地理标志产品保护^[2]。近年来, 安徽省地方高校皖西学院组建了石斛产业化开发协同中心组培实验室和霍山石斛规范化栽培示范基地, 以上种种表明, 霍山石斛种植可以带来的巨大效益成为当今中药种植产业的“黄金产业”。因此, 霍山石斛生物功能特性研究与综合利用成为当前热点。

目前, 霍山石斛食用多以干燥茎(霍山枫斗)和鲜斛为主, 随着铁皮石斛作为药食同源体后, 大量的功能性产品, 如铁皮石斛颗粒、铁皮石斛酒、铁皮石斛牛奶功能性果冻、铁皮石斛保健茶及铁皮石斛饮料等层出不穷^[3], 但是关于霍山石斛以及霍山石斛

粉方面的研究报道甚少。植物粉以其营养纯然、方便使用、贮藏不难、运输省力等优点, 成为近年来食品、药品行业研究的热点。

超微粉碎技术是近年来发展起来, 采用物理方法将植物粉碎到 0.1~75 μm 的一种技术^[4], 在此基础上, 使用全自动样品快速研磨仪可以将粉体粉碎到 20 μm 以下, 这两者的结合也是改进传统工艺、增进新产品开发的动力, 在南瓜籽壳、葡萄籽、金针菇、鱼腥草、蜂花等植物体的粉碎中广泛应用^[5-7], 但该技术在霍山石斛粉制备研究中尚未涉及。作者通过此方法来研究产品霍山石斛超细粉与超微粉的物理特性差异, 为霍山石斛的深加工研究提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

霍山石斛: 皖西学院霍山石斛产业化开发协同创新中心提供。

1.2 仪器与设备

中药粉碎机: 济南天宇专用设备有限公司; 全自动样品快速研磨仪: 上海万柏生物科技有限公司; 光学显微镜: 上海比目仪器有限公司; 电子显微镜

收稿日期:2017-03-22 接受日期:2017-05-09

基金项目: 皖西学院校级自然科学研究项目(WXZR 201627); 安徽省教育厅自然科学研究重点项目(KJ2016A886); 国家自然科学基金面上项目(81573536)

*通信作者 E-mail:312771522@qq.com

(SU8000):昆山伯莱恩光学有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 霍山石斛粉体预处理

挑选无病害的霍山石斛,清洗干燥,用中药粉碎机多次叠加粉碎 10 min,过 220 目筛,得霍山石斛超微粉。将含水量小于 10% 的霍山石斛超微粉放入全自动样品快速研磨仪中进行超细粉碎 5 min,然后分别过 400、500、600、700 和 800 目筛,得到不同粉体粒径的超细粉体。

1.3.2 霍山石斛超细粉体物理性质测定

对不同粉体粒径的流动性、润湿性、松密度、持水力、膨胀力及溶解性进行测定,并结合光学显微镜与电镜扫描粉末结构^[8],比较不同粒径霍山石斛超细粉的物理特性差异。

1.3.2.1 流动性的测定

粉末的流动性通常是由休止角和滑角来反映。参照张娥珍^[8]的方法,将漏斗垂直固定在桌面,下放一块玻璃平板,使漏斗尾端到玻璃平板的垂直距离为 5 cm,分别使 4.00 g 不同目数的霍山石斛粉经漏斗垂直流至玻璃平板上,在玻璃平板上形成圆锥体,圆锥体表面和水平面的夹角 α 即为粉末的休止角。另分别取 4.00 g 不同目数的霍山石斛粉置于玻璃平板上,将平板倾斜至 90% 粉末移动,此时平板和水平面的夹角 θ 即为粉末的滑角。每组 3 水平。

1.3.2.2 润湿性的测定

润湿性反应的是粉体完全悬浮于水中的时间,参照张娥珍^[8]的方法,在直径为 10 cm 的培养皿中,加入 50 mL 水,再加入 0.1 g 样品粉末,测定粉末被水完全润湿的时间,重复测定 3 次。

1.3.2.3 松密度的测定

粉末松密度反应的是包括颗粒内外孔及颗粒间空隙的松散颗粒堆积体的平均密度,参照张娥珍^[8]

的方法,取体积约为 4 mL 的样品粉末,准确称量其称取质量记为 M,装入 5 mL 的量筒中,将量筒每隔 2 s 从 2.5 cm 高处反复敲击硬木表面,直到量筒中粉末体积基本不变,记录此时粉末的体积 V,样品的松密度(g/cm^3) = M/V 。

1.3.2.4 持水力的测定

持水性反应的是粉体与水结合的能力,参照张珍林等^[4]的方法,准确称取样品粉末 M_1 ,使其均匀地分散在水溶液中,并于 60 °C 恒温水浴中分别保持 12、18、24、30 min,再用冷水冷却 30 min,4 000 rpm 离心 15 min,去上清液,称量样品湿重 M_2 ,样品持水能力 = $(M_2 - M_1)/M_1$ 。

1.3.2.5 膨胀性的测定

膨胀力反应的是粉体吸水膨胀的能力,参照张珍林等^[4]的方法,准确称取 0.50 g 样品粉末于量筒中,记录干品体积 V_1 ,再向量筒中加入 25 mL 蒸馏水,搅拌均匀后在室温下静置 24 h,记录样品自然膨胀后体积 V_2 ,样品的膨胀力 = $(V_2 - V_1)/V_1$ 。

1.3.2.6 溶解度的测定

溶解性反应的是粉体在水中形成溶液时的性质,参照张娥珍等^[10]的方法,准确称取样品粉末 1.00 g,加入 200 mL 去离子水,打浆匀质后过滤,残渣烘干后称量,溶解率/% = (1-烘干后残渣质量/样品质量) × 100,水平组重复 3 次,取平均值。

2 结果与分析

2.1 不同粉体粒径的流动性及松密度的比较

粉末的流动性通常是由休止角和滑角来反映,从表 1 中可以看出,不用粒径的霍山石斛经过全自动快速研磨仪处理后,休止角与滑角不同,粒径越小,休止角和滑角越大,分析原因是颗粒粒径越小,比表面积越大,表面聚合力增大,颗粒之间吸附性能增强,与容器之间阻力变小,更易流动;另外查资料

表 1 不同粉体粒径的休止角、滑角及松密度的比较

Table 1 The comparison of flowability and bulk density of *D. huoshanense* ultrafine powder

粉体粒径 Particle size (mesh)	休止角 Angle of repose (°)	滑角 Slip angle (°)	松密度 Bulk density (g/cm^3)
400	40.80 ± 0.99	45.56 ± 0.78	0.625
500	43.56 ± 0.83	46.80 ± 0.99	0.633
600	45.78 ± 1.22	48.50 ± 0.85	0.735
700	46.80 ± 0.76	48.80 ± 0.99	0.738
800	46.88 ± 1.11	48.87 ± 1.32	0.841

表明,霍山石斛中多糖含量为30%左右^[9],粒径越小,多糖溶出效率越高^[11],产品质量更加稳定,混合均匀后不易出现分层现象。

粉末松密度反应的是包括颗粒内外孔及颗粒间空隙的松散颗粒堆积体的平均密度,从表1中可以看出,不同粉体粒径,松密度有所差异,粒径越小,松密度越大,分析原因是由于粉体破碎程度大,颗粒半径也就越小,最终导致粉体间隙变小,密度增大,有利于消化吸收。

2.2 不同粉体粒径的润湿性、膨胀力、溶解性及持水力的比较

润湿性反应的是粉体完全悬浮于水中的时间,从表2可以看出,霍山石斛不同粒径粉体润湿时间不同,总体是随着粒径减小,润湿时间越快,说明粉

表2 不同粉体粒径的润湿性、膨胀力、溶解性及持水力的比较

Table 2 The comparison of wettability, expansibility, solubility and water-holding ability of *D. huoshanense* ultrafine powder

粉体粒径 Particle size (mesh)	湿润性 Wettability (s)	膨胀力 Expansibility (%)	溶解性 Solubility (%)	持水性 Water holding capacity (g/g)
400	27.67	16.82	64.09	17.23
500	24.45	16.99	70.43	18.99
600	22.49	18.21	90.54	21.34
700	20.90	19.04	90.66	23.65
800	25.50	22.56	90.75	24.31

溶解性反应的是粉体在水中形成溶液时的性质,从表2可以看出,同样的处理条件下,粒径减小,溶解性增大,分析原因是因为霍山石斛粉碎程度高,细胞壁被破坏,细胞质内多糖、蛋白质、纤维素等大分子物质溶出,更多的与水分子结合,溶解性加大。

持水性反应的是粉体与水结合的能力,从表2可以看出,霍山石斛粉粒径越小,持水能力越强,分析原因是由于超细粉颗粒小,比表面积大,吸附水的接触面大,同时细胞壁破碎,水溶性物质大量溶出,与水分子非共价性结合,一定程度上阻止了离心脱水时水分的析出,表现出持水性强。

2.3 不同粉体粒径显微镜观察结果

霍山石斛不同粒径粉体用水合氯醛加热透化细胞壁、1%番红染色、稀甘油固定后,置于相同放大倍数(10×40)的电子显微镜下观察。观察结果如图1,不同粉体粒径,显微镜成像有区别,主要在细胞壁破碎程度大小和纤维管束长短两方面,粒径越小,细胞壁破碎越完全,纤维管束越短且结构不完整,零散分布;这说明粉碎越细,可溶性成分溶出越多,验证

体碎粉细胞破碎程度大、水溶性物质与水结合快速,缩短了溶解时间,但随着粒径加大又出现了润湿时间增加的现象,查资料显示是由于霍山石斛富含多糖,粉末在接触水后,多糖迅速和水结合,在粉末外围形成一层粘液层,阻止了水分子的进一步浸入,导致浸润时间延长^[10];这也进一步说明粉体的破碎程度越大,多糖溶出效率越高。

膨胀力反应的是粉体吸水膨胀的能力,从表2可以看出,霍山石斛不同粒径膨胀力不同,呈现逐级上涨的趋势,分析原因主要由于粉碎力度大,水溶性成分更多的暴露出来,通过分子间非共价键作用,与更多的水分子结合,形成庞大的网络结构,使得体积膨胀,显示出膨胀力逐级加大。

其物理特性均有所改善。

2.4 不同粉体粒径扫描电镜观察结果

霍山石斛不同粒径的粉体在相同条件(SU8000 5.0 kV 9.4 mm)和相同倍数(×2.50 k SEU)的电镜扫描仪下扫描,情况不同。如图2,随着粉体粒径逐级减小,细胞破碎程度逐级增大,细胞表面越粗糙,完整性也越差。电镜扫描图更详细的说明了霍山石斛超微粉粉碎强度越大,细胞破碎程度越高,物理特性也更加明显。

3 结论

高纤维植物体的基础粉碎方式可以使粉体颗粒达到约100 μm左右,全自动研磨仪的超细粉碎可以达到30 μm以下,甚至达到几个微米。由此我们将霍山石斛干条经过粗粉碎到超细粉碎后,明显的增加了细胞壁破碎程度,流动性、润湿性、松密度、持水力、膨胀力及溶解性等物理特性变化显著,光学显微结构观察和电镜扫描结构观察也同样验证了上述变化;实验研究的结果与张珍林等^[4]研究南瓜籽壳

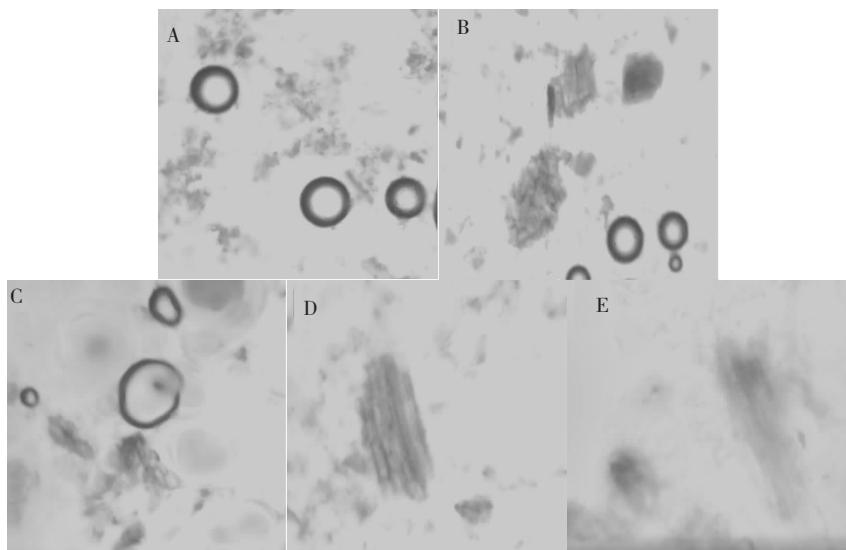


图1 霍山石斛400目粉(A)、500目粉(B)、600目粉(C)、700目粉(D)、800目粉(E)的超细粉显微结构(10×40)

Fig. 1 The microscope structure of 400 mesh (A), 500 mesh (B), 600 mesh (C), 700 mesh (D), 800 mesh (E) of ultrafine powder of *D. huoshanense* (10×40)

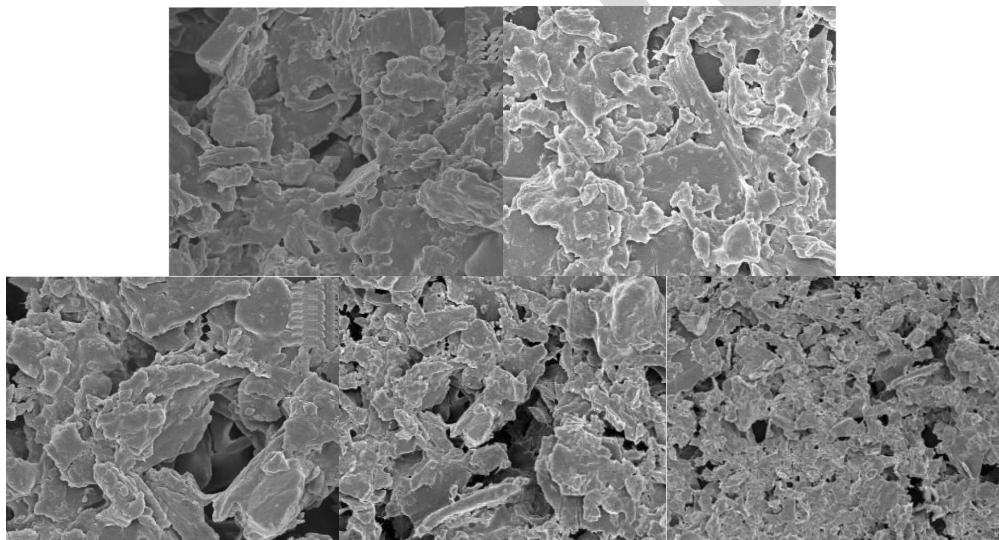


图2 霍山石斛400目粉(A)、500目粉(B)、600目粉(C)、700目粉(D)、800目粉(E)的超细粉电镜扫描结构($\times 2.50K$)

Fig. 2 The scanning electron microscopy images of 400 mesh (A), 500 mesh (B), 600 mesh (C), 700 mesh (D), 800 mesh (E) of ultrafine powder of *D. huoshanense* ($\times 2.50K$)

超微粉特性性质、杨桂芹等^[6]研究西洋参和蜂花粉细粉及超微粉组织特征扫描电镜观察的结论相似,这也就更加证明了超细粉碎技术对植物粉碎至颗粒均一、溶解性良好的性能具有明显提升作用,对霍山石斛深度开发利用提供良好储备资源。

本实验研究结果显示,霍山石斛不同粒径粉体的休止角、滑角、润湿性、松密度、持水力、膨胀力、溶解性等物理特性明显提高,主要是由于全自动

粉碎仪使得粉体细胞壁破碎,细胞质打开,植物细胞内多糖、蛋白质、纤维素等可溶性大分子溶出更多,与水分子之间通过非共价键紧密结合,构成一个能锁住水的空间网络结构,这样得到的水溶液稳定性也很好,产品的易溶性使得人体的消化更有利,同时光学显微结构观察和电镜扫描结构观察更加直观的说明了不同粒径粉体的破碎情况,这也是从另一面展现了霍山石斛超细粉的良好物理性质。同时,霍

山石斛粉比霍山石斛枫斗更易储存、方便使用,本研究为霍山石斛的综合利用及功能产品的开发提供了实验基础依据。

参考文献

- 1 Chen ND(陈乃东), Cheng Y(程艳), Chen NF(陈乃富), et al. Comparative study on the metal elements in *Dendrobium huoshanense* and *Dendrobium henanense*. *J Anhui Agric Sci*(安徽农业科学), 2015, 43:316-317.
- 2 The Writing Group of Flora of China(中国植物志编写组). *The Flora of China*. Beijing: Science Press(科学出版社), 1999. 19, 89.
- 3 Zhan RL(詹若挺), Xia Q(夏荃), Cheng JL(成金乐), et al. Comparison of particle size distribution and microscopic characters of ultrafine powder and fine powder and different mesh screen powder of *Panax notoginseng*. *China Powder Sci Techno*(中国粉体技术), 2009, 15(1):42-45.
- 4 Zhang ZL(张珍林), Yin ZC(殷智超), Yuan W(袁威). Probe into characteristics of pumpkin seeds shell ultramicro-powder. *Farm Prod Proc*(农产品加工), 2015, 1:1-7.
- 5 Liu X(刘霞), Li H(李华), Yang JH(杨继红), et al. The analysis of major nutritional components in cold-pressed grape seeds oil-cake superfine powder. *Chin Cereals Oils Assoc*(中国粮油学报), 2013, 28:117-128.
- 6 Yang GQ(杨桂芹), Zou XH(邹兴淮). Characteristics of conventional fine powder and ultra-micro powder of *Panax quinquefolium* and Bee Pollen surveyed with scanning electron microscope. *J Anhui Agric Univ*(安徽农业大学学报), 2012, 39(7):160-163.
- 7 Zhang ZY(张智圆), Zhang GJ(张贵君), Liu CS(刘长松), et al. The characteristics of ultramicro traditional Chinese medicine and new method for its quality control. Changsha: the third annual meeting of Chinese traditional medicine products and The first International Symposium on *Pueraria lobata*(长沙:第三届中国中药商品学术年会暨首届中药葛根国际产业发展研讨会), 2012-07-15.
- 8 Zhang EZ(张娥珍), Cui SF(崔素芬), Xin M(辛明), et al. Comparison of physical characteristics of submicron powder and common powder of *Dendrobium officinale*. *Chin J Trop Cro*(热带作物学报), 2014, 35:1444-1449.
- 9 Chen ND(陈乃东), Chen NF(陈乃富), Gu Z(顾镇), et al. Accumulation of polysaccharides and ethanol-soluble extract in tissue-cultured and wild *Dendrobium huoshanense* and *Dendrobium henanense*. *Nat Prod Res Dev*(天然产物研究与开发), 2015, 27:2090-2094.
- 10 Zhang EZ(张娥珍), Huang MH(黄梅华), Xin M(辛明), et al. Physical characteristics and antioxidant activity *in vitro* of *Dendrobium candidum* nanometer powder and submicron powder. *Chin J Trop Cro*(热带作物学报), 2015, 36:2184-2191.
- 11 Feng Y(封毅), Huang MK(黄茂康), Ye JB(叶建宝), et al. Content changes of *Dendrobium officinale* polysaccharide during beverage processing and shelf-life. *Southern Agric J*(南方农业学报), 2014, 45:1264-1267.

(上接第 1408 页)

- 13 Hao HL(郝蕙玲), Deng XJ(邓晓军), Du JW(杜家纬). Extraction of catnip essential oil components and their repellent activity against *Aedes albopictus* and *Culex pipiens pallens*. *Acta Entomol Sin*(昆虫学报), 2006, 49:533-537.
- 14 He XY(何晓燕), Zuo ZP(左志鹏), Zhang YM(张月梅). Xinjiang Yili different growing areas of lavender essential oil comparative study on the physical and chemical properties. *J Ili Norm Univ, Nat Sci*(伊犁师范学院学报, 自科版), 2014, 8(1):46-49.
- 15 Zhou L(周露), Xie WS(谢文申). Studies on chemical constituents and antimicrobial activity of *Mentha arvensis* Oil of Yunnan. *Flavour Fragr Cosmetics*(香料香精化妆品), 2011, 5:1-3.
- 16 Li ZQ(李祖强), Li C(李聪), Li QC(李庆春), et al. The studies of the chemical constituents of *Mentha Haplocayx* Brig oil from the Kunming area. *J Yunnan Univ, Nat Sci*(云南大学学报, 自科版), 1993, 15 (2):42-45.
- 17 Lin HB(林洪斌), Cao D(曹东), Chen Y(陈燕), et al. Microwave-assisted steam extraction process of lemon essential oil. *Chin Brewing*(中国酿造), 2015, 34(3):76-79.
- 18 Liang CY(梁呈元), Li WL(李维林), Zhang HQ(张涵庆), et al. The advance on the research of chemical constituents and pharmacological activities of *Mentha haplocalyx*. *Chin Wild Plant Res*(中国野生植物资源), 2003, 22(3):9-12.
- 19 Huang YZ(黄衍章), Yang CJ(杨长举), Xue D(薛东), et al. Development of new type of slowly-releasing repellent on mosquitoes. *Chin J Hygienic Insecticides Equip*(中华卫生杀虫药械), 2008, 14(1):16-18.
- 20 Yang LY(杨黎燕), Zhang XJ(张雪娇), Zhang XC(章栩铖), et al. Preparation and capability of mint oil β -CDP polymer. *Sci Tech Chem Ind*(化工科技), 2016, 24(2):9-13.