

微粉化对天麻 (*Gastrodia elata* Bl.) 粉理化性质和吸收的影响

杨瑞丽, 陈韵文, 廖镇宇, 王毓琪, 孙远明

(广东省食品质量安全重点实验室, 华南农业大学食品学院, 广东广州 510642)

摘要: 研究了微粉化处理对天麻 (*Gastrodia elata* Bl.) 粉的理化性质及在大鼠体内吸收的影响。对天麻普通粉和超微粉进行粒径大小、分布、微观形貌、休止角、滑角、膨胀力、松密度、水溶性和主要成分等理化指标的测定, 以及天麻活性成分天麻素的生物利用度研究。结果表明: 微粉化处理使天麻粉平均粒径由 121.50 μm 减小到 34.09 μm , 粒径分布范围变窄, 粉体更加均匀; 天麻微粉膨胀力、松密度和水溶性较之细粉均有不同程度的提高, 粉体的流动性降低; 红外光谱显示天麻经超微粉碎后其主要成分未发生变化。普通粉和微粉的天麻素绝对生物利用度分别是 34.18% 和 45.49%。研究结果表明微粉化处理对天麻粉物理特性的改善有助于营养成分溶出, 显著提高天麻有效成分的吸收率, 为指导天麻微粉的应用生产提供理论依据。

关键词: 天麻; 微粉化; 理化性质; 生物利用度; 大鼠

文章篇号: 1673-9078(2014)12-153-157

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2014.12.026

Effect of Micronization on the Physicochemical Properties and *in vivo* Absorption of *Gastrodia elata* Bl. Powder

YANG Rui-li, CHEN Yun-wen, LIAO Zhen-yu, WANG Yu-qi, SUN Yuan-ming

(Key Laboratory of Food Quality and Safety of Guangdong Province, College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou 510642, China)

Abstract: The purpose of this study was to investigate the effect of micronization on the physicochemical properties of *Gastrodia elata* Bl powder and its absorption in rats. Physicochemical properties such as particle size, distribution, microstructure, angle of repose and slide, swelling capacity, bulk density, solubility, and components, were compared between powdered samples of fine and micronized *Gastrodia elata* Bl. The absolute bioavailability of gastrodin, the active component of *Gastrodia elata* Bl, was also determined. Results showed that micronization effectively reduced the average particle size from 121.50 to 34.09 μm , narrowed the range of particle size distribution, and resulted in a more uniform particle size. Compared to fine powder, micronized powder showed varying degrees of improvement in swelling capacity, bulk density, and solubility; however, the fluidity decreased. Infrared spectroscopy showed that the active components of *Gastrodia elata* Bl powder were not affected by micronization. The absolute bioavailability of gastrodin in fine and micronized powders was 34.18% and 45.49%, respectively. The results showed that the micronization-induced improvement in physicochemical properties of *Gastrodia elata* Bl powder could improve dissolution of nutrients and the subsequent absorption of the active component, gastrodin. Thus, this study provides a theoretical basis for the application of micronization in the production of *Gastrodia elata* Bl powder.

Key words: *Gastrodia elata* Bl.; micronization; physicochemical properties; bioavailability; rat

天麻 (*Gastrodia elata* Bl.) 是兰科天麻属多年生草本植物天麻的干燥根茎, 主产于我国云南、四川及贵州等地, 是一种重要的药食两用植物。研究表明天麻的主要有效成分为天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基

收稿日期: 2014-04-27

基金项目: 华南农业大学科技合作项目 (H13354)

作者简介: 杨瑞丽 (1977-), 女, 博士, 副教授, 研究方向为食品营养与安全

通讯作者: 孙远明 (1956-), 男, 博士, 教授, 研究方向为食品质量与安全

苯甲醛等多种成分^[1], 天麻具有抗惊厥、镇静、镇痛及抗炎等生物学功能^[2-3]。随着社会的发展, 人们工作生活的压力越来越大, 随之产生的焦虑、失眠等症状不断困扰着人们的正常生活, 在民间, 作为一种重要的食材, 自古就有将天麻与鸡、鱼等一同食用用于滋养安神的做法。传统的天麻加工方法是采用将鲜天麻煮或蒸后再烘干, 然后切片。这种传统的加工方法容易损失有效成分、有效成分不易浸出、质量指标难以控制等缺点。此外, 有关天麻现代加工方法如冻干

加工、喷雾干燥、冷冻干燥等亦有较多报道,但从目前的加工和食用方法来看,天麻的生物利用率还不高。

超微粉碎技术是一门新兴的物料加工技术,该技术在天然食物资源开发中的应用是食品加工工业的一种新尝试。超微粉碎技术在制粉技术中具有很大的优势,不仅在宏观上减小颗粒粒径,而且随着粒径细化的量变,会导致比表面积和孔隙率增加,使粉体具有良好的分散性、溶解性、吸附性等,并且有利于营养物质的吸收^[4]。研究发现超微粉碎能显著提高灵芝多糖提取率^[5]、有利于葡萄籽中原花青素的释放^[6]、并使杏鲍菇粉的比表面积、均匀性和多糖溶出率更高^[7]。该技术对于传统工艺改进以及新产品的开发带来巨大的推动力。但至今有关微粉碎对的天麻物理性质和体内消化吸收的影响还未见报道。因此,本实验研究微粉化处理对天麻粉物理性质和天麻素生物利用度的影响,以期为天麻微粉的制剂开发与应用提供科学依据。

1 材料与方 法

1.1 材料、试剂与仪器

1.1.1 材料与试剂

实验动物健康雄性 SD 大鼠,体重 220~250 g。购自广东省医学实验动物中心。许可证号: SCXK(粤)2008-0002;等级: SPF 级;天麻 (*Gastrodia elata* Bl.) 细粉由汤臣倍健股份有限公司提供;天麻素对照品(中国食品药品检定研究院,编号 62.110807);乙腈为 HPLC 级;磷酸为分析纯;无水乙醇(分析纯)。

1.1.2 主要仪器

LA950 激光粒度仪, HORIBA 公司; XL-30-ESEM 型电子显微镜, 荷兰 FEI 公司; 安捷伦 1200 型高效液相色谱仪, 安捷伦仪器有限公司; 振动式细胞级超微粉碎机, 济南天方机械有限公司; MTN-2800W 氮吹浓缩仪, 天津奥特赛恩斯仪器有限公司; 超声清洗仪, 上海科导超声仪器有限公司; 高速离心机 LG10-2.4A, 北京医用离心机厂。

1.2 实验方法

1.2.1 天麻微粉的制备

对天麻细粉进行微粉碎处理: 取天麻细粉, 置振动式细胞级超微粉碎机中, 装料系数 55%, 0 °C 研磨 15 min, 得到微细化粉体。

1.2.2 天麻粉粒径测定

取适量的粉体置于 LA950 激光粒度仪的测定杯中, 按操作说明采用干法测定粉体的粒径及其粒径分布。其中: D10、D50、D90 分别表示在粒径累积分布

曲线上, 10%、50%、90% 颗粒的直径小于或等于此值; D50 又称为颗粒的平均粒径。

1.2.3 天麻粉的扫描电子显微镜观察

取天麻细粉和微粉样品适量, 铺于电镜铜台上, 喷金镀膜后置于 XL-30-ESEM 型电子显微镜(荷兰 FEI 公司)下进行微观形貌观察。

1.2.4 加工特性的测定

1.2.4.1 粉体流动性能指标的测定^[8]

表示粉体流动性能的重要指标是休止角和滑角。休止角: 将漏斗固定于水平放置的绘图纸上, 先堵住漏斗的下端开口, 取 10.00 g 待测粉体倒入漏斗, 使待测粉体在漏斗中自然堆积, 然后打开漏斗, 使粉体自然落下并形成圆锥形, 分别量取底部直径(2R)和圆锥体高度(H), 计算休止角 α , $\tan \alpha = H/R$ 。滑角: 准确称取 3.00 g 样品, 平铺在一块光滑玻璃板中部, 缓缓向上推动玻璃板的一端, 然后将平板倾斜至约 90° 天麻粉移动, 测定平板和水平面的夹角即为滑角。

1.2.4.2 膨胀力的测定^[9]

准确称取 1.00 g (m) 样品, 放入带刻度的玻璃试管中记录干品体积 V_1 , 加入 10 mL 蒸馏水, 振摇均匀后, 在室温下静置 24 h, 记录样品在试管中自由膨胀的体积数 V_2 , 得出每克样品的膨胀力。膨胀力计算公式如下所示:

$$\text{粉体的膨胀力}(\text{mL/g}) = (V_2 - V_1) / m$$

1.2.4.3 松密度的测定^[10]

准确称取 20.00 g (m) 样品, 将其小心装入 100 mL 量筒中; 每隔 2 s, 量筒从 2.5 cm 的高度, 反复敲击于硬台面上, 直到量筒内粉体容积基本不再变化为止, 此时粉体的体积记为 V_b 。

$$\text{粉体的松密度}(\text{g/mL}) = m / V_b$$

1.2.4.4 水溶性的测定^[11]

准确称取 0.50 g (m_1) 样品于 200 mL 烧杯中, 加入 50 mL 蒸馏水, 在 90 °C 恒温水浴锅中振荡 30 min, 在 3500 r/min 的转速下离心 15 min, 取出上清液于恒重的烧杯中, 在 135 °C 下烘干至恒重, 残留物重量为 m_2 , 得出在相同的时间内, 水溶性随温度的变化趋势。

$$\text{粉体的水溶性} / \% = m_2 / m_1 \times 100$$

1.2.5 天麻微粉与细粉的红外光谱测定比较

天麻普通粉与超微粉的红外光谱测定比较采用漫反射法。以 KBr 为稀释剂, 用玛瑙研钵把 KBr 研细, 直至在灯光下观察不到晶体。以约 1:3 的比例将样品和 KBr 混合均匀后用傅里叶红外光谱仪分析。

1.2.6 高效液相色谱条件与标准曲线绘制

利用 Ju XH 等报道的 HPLC 法检测血浆天麻素^[12], 具体条件如下: 安捷伦-C18 色谱柱(4.6 mm×250

mm, 5 μm); 流动相为乙腈-0.05%磷酸溶液 (3:97); 流速为 1.0 mL/min; 检测波长为 220 nm; 柱温: 25 °C, 采用无水乙醇沉淀血浆中的蛋白质。精密称取天麻素标准品 5 mg 溶解于 10 mL 乙腈-0.05% 磷酸溶液 (3:97), 并配制成浓度为 500 μg/mL 的储备液。精密吸取储备液, 分别稀释成 0.5、1、5、10、25、50 μg/mL, 用孔径 0.22 μm 滤膜过滤后, 置于样品瓶中, -20 °C 冰箱保存待用。按照上述色谱条件进行 HPLC 测定, 作峰面积对浓度的标准曲线, 求出直线回归方程。

1.2.7 血样采集及血浆样品预处理

取健康雄性 SD 大鼠 9 只, 实验前禁食 24 h, 自由饮水。各组大鼠分别尾静脉注射天麻素 (25 mg/kg)、灌胃天麻细粉和超微粉 (4 g/kg)。分别于给药前和给药后 5、15、30、50、70、90、120、180 min 断尾取血 0.5 mL, 肝素抗凝, 4 °C、3000 r/min 离心 10 min 分离血浆, -20 °C 保存备用。精密吸取血浆 150 μL, 加入乙醇 0.5 mL, 再涡旋振荡 1 min 后于 12 000 r/min 离心 10 min 除蛋白, 取上清液, 然后在室温下氮气吹干。分别加 500 μL 流动相溶解, 经 0.22 μm 微孔滤膜过滤, 注入高效液相色谱仪中进行测定。

1.3 数据统计与处理

采用 SPSS 13.0 软件进行数据处理。数据均采用 $\bar{x} \pm s$ 的表示方法, 以 $p < 0.05$ 为有显著性。

2 结果与讨论

2.1 粒径及粒径分布测定

天麻普通粉的平均粒径 121.50 μm, D50、D90 分别为 93.05 μm、259.85 μm, 微粉的平均粒径 34.09 μm, D50、D90 分别为 23.04 μm、70.51 μm。由图 1 可看出普通粉的粒径分布范围广, 随着粉体粒径减小, 粉体的粒径分布曲线呈正态分布, 说明粉体的均匀性更好, 分散性更好。

2.2 微观形貌测定

观察天麻粉不同粒径粉体的颗粒形貌, 结果见图 2。天麻普通粉颗粒较大, 粒径不均匀, 形状不规则。天麻超微粉颗粒细小, 均称的小颗粒粉比例增多, 较均匀, 粉体组织结构特征已经不明显。

2.3 粉体的休止角和滑角

休止角和滑角的变化可以反映粉体流动性的变化, 其值越大, 表明粉体的流动性越差^[13]。由表 1 可知, 天麻微粉较细粉而言, 其休止角和滑角均有所升

高, 差异显著 ($p < 0.05$)。这是因为经过超微粉碎处理后, 颗粒的比表面积增大, 使得表面聚合力增大, 颗粒相互间的引力和黏着力增加, 颗粒能更紧密地聚集, 越不易分散开, 流动性降低。

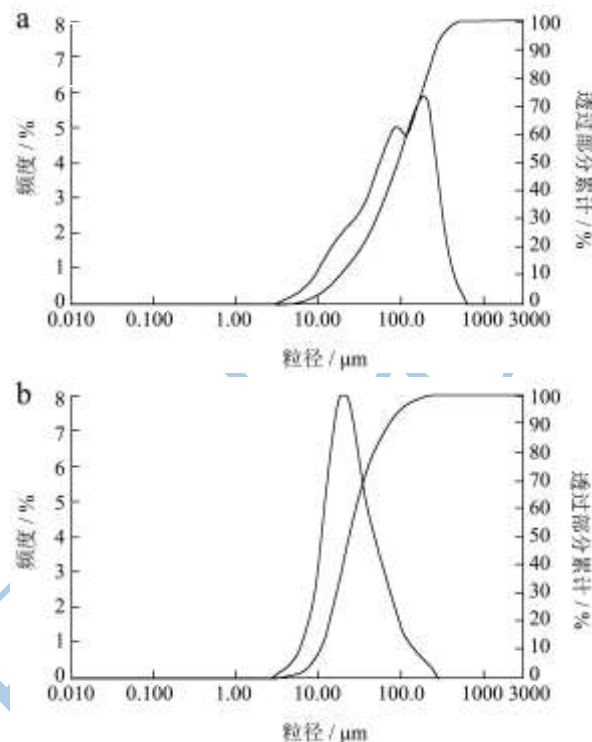


图 1 天麻细粉 (a) 和微粉 (b) 的粒径分布图

Fig.1 Particle size distribution of *Gastrodia elata* Bl. fine (a) and micronized powders (b)

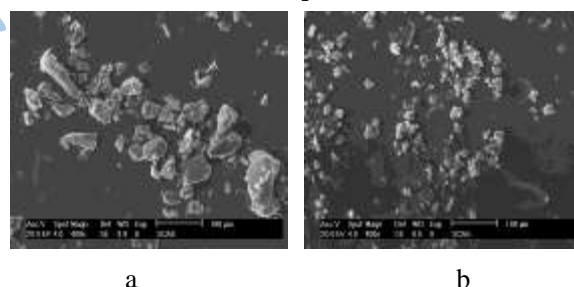


图 2 天麻细粉 (a) 和微粉 (b) 的扫描电镜图

Fig.2 Scanning electron micrographs of fine (a) and micronized (b) powders of *Gastrodia elata* Bl.

表 1 天麻细粉和微粉的休止角和滑角

Table 1 Angle of repose and slide of fine and micronized powders of *Gastrodia elata* Bl.

原料	休止角/°	滑角/°
细粉	37.15±4.41 ^a	42.33±2.52 ^a
微粉	45.77±0.69 ^b	51.00±3.61 ^b

2.4 粉体的松密度、膨胀力与水溶性

松密度是反应粉体充填性的指标之一, 在片剂和胶囊剂的装填过程中具有重要意义, 松密度大有利于

粉末的充填。粉末的松密度主要取决于颗粒大小的分布、形状及彼此间的黏附趋势。天麻经过超微粉碎后，颗粒形状较为规则，大小均匀，故松密度显著地高于细粉 ($p < 0.05$)。所以，超微化有利于天麻粉的充填。

膨胀力是反映样品水合能力的重要参数。由表 2 可以看出，经超微粉碎后，在室温下粉体膨胀力显著增加，主要是因为经过超微粉碎，细胞被部分破碎，更多的亲水性基团暴露出来，颗粒与水的接触面积、接触部位增多，可增加粉体的膨胀力。

微粉的水溶性亦显著高于细粉，可能是因为超微化后，粉体的比表面积增大，粉体与溶剂之间的接触面积相应增加，有利于水溶性成分更充分的溶解，且由于超微过程对样品有着强烈的压力、剪切力和摩擦力，在这些力共同的作用下，天麻细粉中的部分不溶性成分会发生熔融现象或部分键断裂，可能进而转化为可溶性成分^[14]。

表 2 天麻细粉与超微粉的松密度、膨胀力与水溶性

Table 2 Bulk density, swelling capacity, and water absorption of

fine and micronized powders of *Gastrodia elata* Bl.

原料	松密度/(g/mL)	膨胀力/(mL/g)	水溶性/%
细粉	0.68±0.00 ^a	8.80±0.52 ^a	37.67±0.61 ^a
微粉	0.93±0.00 ^b	10.40±0.59 ^b	67.53±0.31 ^b

2.5 天麻粉的红外光谱比较

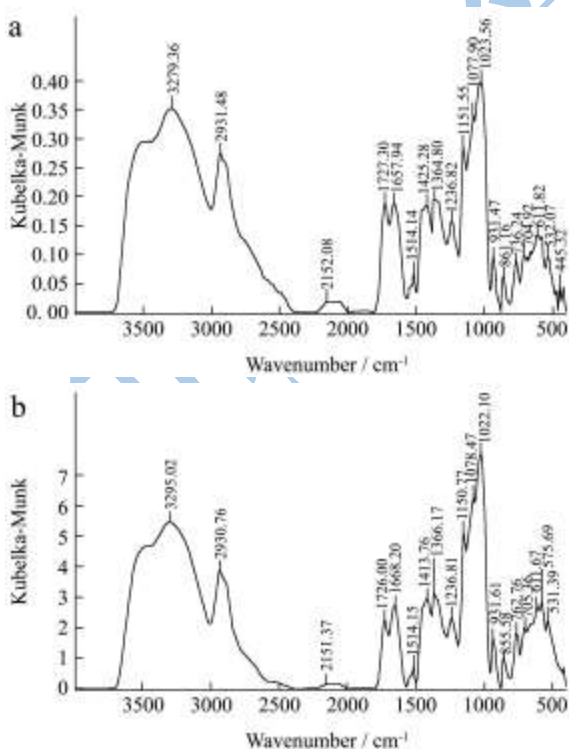


图 3 天麻细粉 (a) 和微粉 (b) 的红外光谱图

Fig.3 FT-IR spectrum of fine (a) and micronized (b) powders of *Gastrodia elata* Bl.

红外光谱法是鉴别化合物和确定物质结构的常用手段之一，在药物分析中，以红外光谱具有的“指纹”特征作为药物鉴定的依据是各国药典共同采用的方法。天麻微粉和细粉的红外光谱测定结果见图 3，由图 3 可以看出，天麻经超微粉碎后其红外光谱与普通细粉相近，两者之间无论峰的位置还是峰的形状都很相近。红外光谱结果显示，天麻经超微粉碎后，其主要成分的基团结构并没有发生变化，即主要成分未发生变化。

2.6 天麻素的色谱图及标准曲线

天麻素在 220 nm 处有最大吸收峰，其保留时间为 5.91 min，在血浆样品中，目标峰也与其他杂峰分离良好。在规定的色谱条件下，作天麻素浓度 Y 相应峰面积 X 的线性回归方程，其回归方程为

$$Y = 18960X - 183.15, R^2 = 1 \text{ (图 4)}.$$

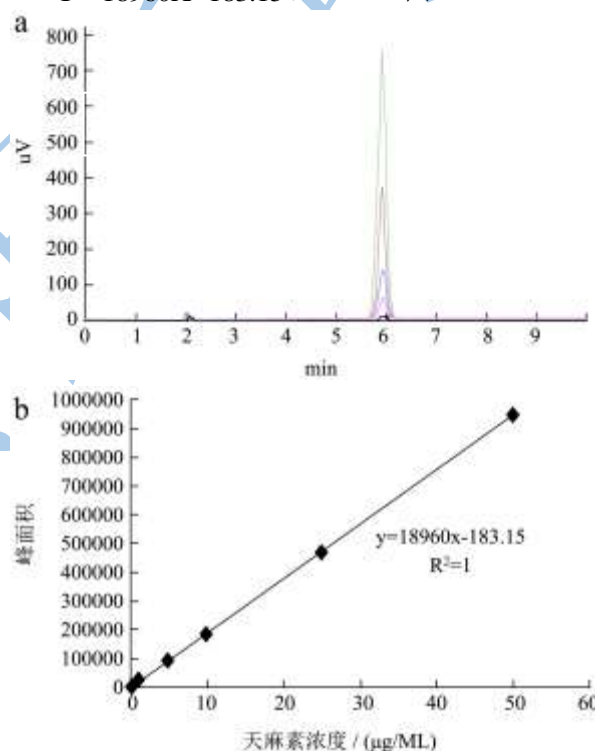


图 4 天麻素标准品液相色谱图 (a) 及标准曲线 (b)

Fig. 4 HPLC chromatogram (a) and standard curve (b) of gastrodin

2.7 大鼠血浆中天麻素的浓度

各组大鼠血浆中天麻素浓度-时间曲线见图 4。天麻细粉、微粉的绝对生物利用度分别是 34.18%、45.49%。本试验结果显示，通过降低粉体的粒径可显著提高天麻素的生物利用度。经过微粉碎处理，细胞壁大多在微粉碎时被破坏，有效成分不需要通过细胞壁和细胞膜的释放过程，加之微粉的表面积增加，孔隙率增大，能较好地分散、溶解在胃肠液里，所以显

著提高有效成分的吸收率^[5]。

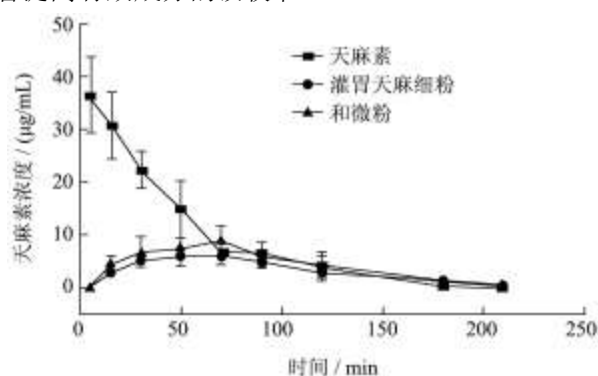


图5 大鼠静脉注射天麻素、灌胃天麻细粉和微粉后血浆中平均天麻素浓度-时间曲线

Fig. 5 Plot of mean plasma concentration vs. time for absorption of *Gastrodia elata* Bl. powder in vivo; rats administered with intravenous gastrodin, *Gastrodia elata* Bl. fine powder, and *Gastrodia elata* Bl. micronized powder

3 结论

3.1 微粉化处理的天麻粉粒径减小, 粒径分布变窄, 粉体更加均匀, 可以增大粉体的分散性、吸附性等; 从扫描电镜的超微结构观察, 天麻微粉难以看到完整的细胞形态, 破壁情况良好; 天麻微粉膨胀力、松密度和水溶性较之细粉均有不同程度的提高, 粉体的流动性降低。

3.2 红外光谱显示天麻经超微粉碎后其主要成分未发生变化。

3.3 微粉化处理显著提高了天麻粉有效成分天麻素的绝对生物利用度, 有利于人体的消化吸收。

参考文献

[1] 岑信钊. 天麻的化学成分与药理作用研究进展[J]. 中药材, 2005, 28(10): 958-962
Cen Xin-zhao. Chemical composition and pharmacological effects of *gastrodia elata* Bl. [J]. Journal of Chinese Medicinal Materials, 2005, 28(10): 958-962

[2] Pei C J, Lee J, Si Y X, et al. Inhibition of tyrosinase by gastrodin: An integrated kinetic-computational simulation analysis [J]. Process Biochemistry, 2013, 48(1): 162-168

[3] Li C, Chen X, Zhang N, et al. Gastrodin inhibits neuroinflammation in rotenone-induced Parkinson's disease model rats [J]. Neural Regeneration Research, 2012, 7(5): 325-331

[4] Hu J, Chen Y, Ni D. Effect of superfine grinding on quality and antioxidant property of fine green tea powders [J]. LWT-Food Science and Technology, 2012, 45: 8-12

[5] 肖丽霞, 于洪涛, 胡小松, 等. 响应曲面优化超微粉碎法提取灵芝多糖[J]. 食品工业科技, 2011, 32(7): 280-283
Xiao Li-xia, Yu Hong-tao, Hu Xiao-song, et al. Optimization of ultrafine powder extraction technology of *ganoderma lucidum* polysaccharides by response surface methodology [J]. Science and Technology of Food Industry, 2011, 32(7): 280-283

[6] 胥佳, 魏嘉颐, 李锦麟, 等. 超微粉碎处理对葡萄籽中原花青素和脂肪酸成分的影响[J]. 中国农学通报, 2011, 22(17): 92-97
XU Jia, WEI Jia-yi, LI Jin-lin, et al. Effect of ultrafine grinding technology on procyanidin and fatty acid condition of grape seed [J]. Chinese Agricultural Science Bulletin, 2011, 22(17): 92-97

[7] 刘素稳, 常学东, 李航航, 等. 不同粉碎方法对杏鲍菇超微粉体物化性质的影响[J]. 现代食品科技, 2013, 29(11): 2722-2727
LIU Su-wei, CHANG Xue-dong, LI Hang-hang, et al. Effects of micronization methods on physicochemical properties of *pleurotus eryngii* powders [J]. Modern Food Science and Technology, 2013, 29(11): 2722-2727

[8] Taser O F, Altuntas E, Ozgoz E. Physical properties of hungarian and common vetch seeds [J]. Journal of Applied Sciences, 2005, 5(2): 323-326

[9] Femenia A, Lefebvre A C, Thebaudin J Y, et al. Physical and sensory properties of model foods supplemented with cauliflower fiber [J]. Journal of Food Science, 1997, 62(4): 635-639

[10] 梁琪, 毕阳, 米兰, 等. 沙枣细粉超微粉碎后对物料特性的影响研究[J]. 食品工业科技, 2012, 33(11): 376-378
LIANG Qi, BI Yang, MI Lan, et al. Study on the effect of super micro-milling on physicochemical properties of *elaegnus angustifolia* L. powders [J]. Science and Technology of Food Industry, 2012, 33(11): 376-378

[11] 郭婷, 孙宝国, 汪丽萍, 等. 微粉化对豌豆粉理化性质的影响[J]. 食品工业科技, 2014, 33(3): 1-5
GUO Ting, SUN Bao-guo, WANG Li-ping, et al. Effects of micronization on the physicochemical properties of pea powder [J]. Science and Technology of Food Industry, 2014, 33(3): 1-5

[12] Ju X H, Shi Y, Liu N. Determination and pharmacokinetics of gastrodin in human plasma by HPLC coupled with photodiode array detector [J]. Journal of Chromatography B Analytical Technologies in the Biomedical and Life Sciences, 2010, 878(22): 1982-1986

- [13] Ileji K E, Zhoua B. The angle of repose of bulk corn stover particles [J]. Powder Technology, 2008, 187(2): 165-171
- [14] Zhao X Y, Yang Z B, Gai G S, et al. Effect of superfine grinding on properties of ginger powder [J]. Journal of Food Engineering, 2009, 91(2): 217-222
- [15] 张慧, 卞科, 万小乐. 超微粉碎对谷朊粉理化特性及功能特性的影响[J]. 食品科学, 2010, 31(1): 127-131
- ZHANG Hui, BIAN Ke, WAN Xiao-le. Effect of ultrafine comminution on physico-chemical and functional properties of vital wheat gluten [J]. Food Science, 2010, 31(1): 127-131

现代食品科技