

# 玫瑰花粉的理化性质研究

岳凤丽<sup>1</sup>, 赵妍妍<sup>2</sup>, 吴霞<sup>2</sup>

(1. 山东省农业工程学院食品科学与工程系, 山东济南 250100)(2. 山东大学化学与化工学院, 山东济南 250100)

**摘要:** 本文利用激光粒度分析、扫描电子显微镜 (SEM)、红外光谱、Zeta 电位及浊度等多种分析实验技术, 对玫瑰花超微粉和细粉的粒径分布、比表面积、微观形貌、化学官能团吸收强度比、分散水溶液的稳定性等物化性质进行了对比研究, 并比较了其持水、持油力和溶解性等性质差异。结果表明: 玫瑰花超微粉大部分组织结构和细胞壁较细粉破碎严重, 各官能团吸收强度相对含量比均高于玫瑰花细粉。玫瑰花超微粉比细粉在水溶液中分散稳定性更好; 随温度升高, 两种玫瑰花粉分散水溶液的浊度均呈先下降后上升趋势, 80 °C 左右降至最低; 超微粉较细粉的分散水溶液稳定性受温度影响小; 沸水浴后, 超微粉抵抗介质离子强度变化的能力明显优于细粉; 与玫瑰花细粉相比, 超微粉持水、持油能力降低, 而溶解性升高。

**关键词:** 玫瑰花; 超微粉; 细粉; 性质分析

文章编号: 1673-9078(2015)9-87-91

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2015.9.015

## Physicochemical Properties of Rose Powder

YUE Feng-li<sup>1</sup>, ZHAO Yan-yan<sup>2</sup>, WU Xia<sup>2</sup>

(1. Department of Food Science and Engineering, Shandong Agriculture and Engineering University, Jinan 250100, China)

(2. School of Chemistry and Chemical Engineer, Shandong University, Jinan 250100, China)

**Abstract:** Differences between rose superfine powder (RSFP) and rose fine powder (RFP) in terms of particle size distribution, specific surface area, micro-morphology, absorption intensity of chemical functional groups, and the stability of their dispersed aqueous solution were investigated using several techniques, including laser diffraction particle size analysis, scanning electron microscopy (SEM), infrared spectroscopy (IR), Zeta potential analysis, and turbidity analysis. In addition, differences in water holding capacity (WHC), oil holding capacity (OHC), and solubility between RSFP and RFP were also studied. The results showed that most tissue structures and cell walls were broken down in RSFP. The relative absorption intensity of the functional groups in IR was higher in RSFP than in RFP. Furthermore, the dispersed aqueous solution of RSFP was more stable compared to that of RFP. As the temperature increased, the turbidity values of both dispersed aqueous solutions showed a decreasing trend followed by an increasing trend and reached the lowest value at 80 °C. Temperature had a small effect on the stability of the RSFP dispersed aqueous solution. Moreover, although the turbidity of the dispersed aqueous solution of RSFP and RFP was affected by the ionic strength, RSFP was more resistant to intensity changes in buffer ionic strength than was RFP after being subjected to a boiling water bath. The WHC and OHC of RSFP decreased compared to those of RFP, while the solubility increased.

**Key words:** rose; superfine powder; fine powder; property analysis

采用超微粉碎技术将食材加工成微米级甚至纳米级超微粉体, 其颗粒表面结构具有更多新特征, 且能更有效释放细胞级营养, 促进营养物质被吸收利用<sup>[1]</sup>; 低温的加工工艺, 可更好的保留生物活性成分<sup>[2]</sup>。目前中药和食品的超微粉碎技术以及其超微粉应用研究受到广泛关注。超微粉的理化性质研究对中药和食品深加工具有一定的指导意义。有研究发现枸杞经超

收稿日期: 2014-09-11

基金项目: 国家农业科技成果转化资金项目 (国科发农[2012]821); 山东省农业重大应用技术创新项目 (鲁财农指[2013]136号)

作者简介: 岳凤丽 (1963-), 女, 教授, 研究方向: 食品加工; 赵妍妍, 共同第一作者

通讯作者: 吴霞 (1964-), 女, 博士, 教授, 研究方向: 分析化学

微粉碎后其枸杞多糖的抗氧化活性提高<sup>[3-4]</sup>; 黄芪超细粉体的大部分细胞壁和细胞膜被破碎, 黄芪皂苷和多糖等有效成分不经提取可直接溶出<sup>[5]</sup>; Niu 等<sup>[6]</sup>通过对全麦超细粉与其他粒径全麦粉性质差异比较研究发现: 用全麦超细粉制作的面条质量更好。

玫瑰为蔷薇科蔷薇属植物, 原产于中国, 在中国种植广泛。玫瑰花具有观赏和药用价值, 可用于食品和化妆品工业。国内外学者研究发现<sup>[7-9]</sup>: 玫瑰花呈弱酸性, 主要成分有蛋白质、氨基酸、矿物质, 酚类化合物、鞣质、多糖、生物碱等。玫瑰花有独特的香味, 并具有抗氧化生理活性, 其精油等提取物对神经细胞具有很好的保护作用<sup>[10]</sup>。近年来, 玫瑰精油提炼、色素提取、玫瑰干花以及复合饮料的加工技术等方面的

研究备受关注。但是对于玫瑰花超微粉的性质研究少有报道。

本文主要从粒径分布、比表面积、微观形貌、各官能团相对含量比、分散稳定性、持水、持油力以及溶解性等方面来研究玫瑰花细粉(80~100目)与玫瑰花超微粉体( $\geq 325$ 目)之间性质差异,以期对玫瑰花的食品和药材深加工提供重要的理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验材料

玫瑰花(产地:山东平阴)购于山东省济南银座超市。70℃电热鼓风烘干3h,倍力微粉机(BFM-6)粉碎样品,用80目、100目、325目的标准筛筛分样品,得到80~100目的玫瑰花细粉和 $\geq 325$ 目的玫瑰花超微粉。金龙鱼玉米油(上海嘉里粮油工业有限公司);氯化钠(天津市广成化学试剂有限公司,AR);硫酸肼(上海展云化工有限公司,AR);环六亚甲基四胺(国药集团化学试剂有限公司,AR);零浊度水(新制备18.25 M $\Omega$  cm超纯水并经0.22  $\mu$ m滤膜过滤)。

### 1.2 主要仪器设备

AWM2000 激光粒度分析仪:英国马尔文公司;JSM-7600F 冷场发射扫描电子显微镜(SEM):JEOL;Oxford INCA sight X 射线能量分散谱仪(EDS):JEOL;Tensor 27 傅立叶红外光谱仪:Bruker Optics;KQ-100DB 型数控超声波清洗器:昆山市超声仪器有限公司;2003-11(85-2)恒温磁力搅拌器:国华电器有限公司;JS94H 型微电泳仪:上海中晨数字技术设备有限公司;Delta320-S 型酸度计:上海精科;752 型分光光度计:上海光学仪器厂;UPW-I-60 优普超纯水机:成都超纯科技有限公司。

### 1.3 方法

#### 1.3.1 粒度分布

取适量粉体超声分散于400 mL蒸馏水中,采用AWM2000 激光粒度分析仪,测定其粒径分布及比表面积。

#### 1.3.2 SEM 以及 EDS 的测定

取适量干燥玫瑰花粉体,用导电胶将其固定于金属样品台上,喷金,选用3.0 kV加速电压,利用SEM观察其形貌并进行EDS测定。

#### 1.3.3 红外光谱扫描

玫瑰花粉体于105℃下,烘干6h。采用KBr固体压片法制样,测定其红外光谱。

#### 1.3.4 持水力、持油力、溶解性的测定

##### 1.3.4.1 持水力测定方法<sup>[11]</sup>:

0.20 g ( $m_1$ ) 样品于25 mL烧杯,加入少量水溶解,电磁搅拌30 min后,转移至10 mL离心管中,以2000 r/min速度离心30 min,除去上层水分后样品质量为( $m_2$ )。

$$\text{样品的持水力}/\% = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

式中: $m_1$ 为称量的样品质量g; $m_2$ 为除去上层水分后的样品质量g。

##### 1.3.4.2 持油力测定方法<sup>[11]</sup>

2.00 g ( $m_1$ ) 样品于25 mL烧杯,加入5 mL菜籽油,电磁搅拌30 min后,转移至10 mL离心管中,以1600 r/min速度离心25 min,除去上层菜籽油后样品质量为( $m_2$ )。

$$\text{样品持油力}/\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

式中: $m_1$ 为称量的样品质量,g; $m_2$ 为除去上层菜籽油后的样品质量,g。

##### 1.3.4.3 溶解性的测定<sup>[12]</sup>

配制3%的玫瑰花粉水溶液,装入离心管中,30℃恒温水浴超声5 min,摇匀,以1000 r/min速度离心10 min,分别测量沉淀高与溶液总高。

$$\text{样品的溶解性} = \frac{\text{沉淀高}}{\text{溶液总高}}$$

#### 1.3.5 Zeta 电位测定

配制0.05%玫瑰花粉分散水溶液,用微电泳仪测定其Zeta电位,计算五次测定平均值。

#### 1.3.6 浊度的测定

以福尔马肼标准混悬液<sup>[13]</sup>作为标准,测定640 nm波长处溶液的吸光度,绘制浊度标准曲线。测定0.01%玫瑰花粉分散水溶液在不同温度和氯化钠条件下640nm处的吸光度,根据浊度标准曲线计算其浊度。

#### 1.3.7 数据分析

文中实验重复测定三次,实验结果以平均值 $\pm$ 标准偏差表示。采用Microsoft Excel 2007和Origin 8.0对数据进行分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 玫瑰花粉粒度分布和比表面积

玫瑰花超微粉和细粉粒度分布如图1所示,玫瑰花细粉粒径主要分布在150~350  $\mu$ m的宽范围内,其平均粒径约为166.0  $\mu$ m;而玫瑰花超微粉主要分布在10~50  $\mu$ m相对较窄范围内,平均粒径约为15.7  $\mu$ m。

同时测定了玫瑰花细粉和超微粉的比表面积,分别为  $0.17 \text{ m}^2/\text{g}$  和  $0.67 \text{ m}^2/\text{g}$ 。结果表明:玫瑰花粉体粒径越小,比表面积越大,超微粉较细粉粒径减少约 10 倍,比表面积增大约 4 倍。另外,从细粉粒径分布可以看出,有部分超微粒径的玫瑰花粉体存在,说明玫瑰花细粉上吸附了少量超微粉。

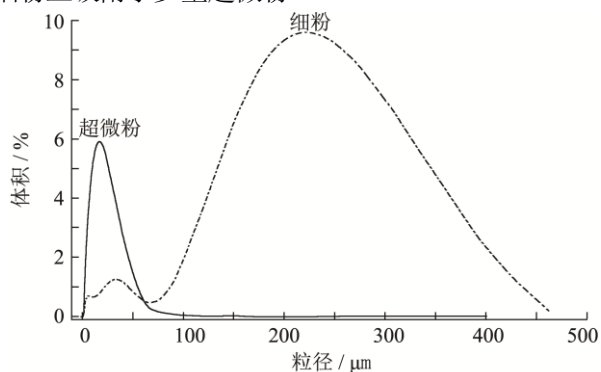


图 1 玫瑰花粉体粒径分布

Fig.1 Particle size distribution of rose powder

## 2.2 SEM 图像和 EDS 能谱

玫瑰花细粉 (A) 和超微粉 (B) 的 SEM 图像如图 2 所示。由图 2 可以看出,玫瑰花细粉组织结构完整,少有破裂;而超微粉表面几乎无完整的组织结构。

EDS 谱数据分析 (见表 1) 可知,玫瑰花细粉和超微粉 C、N、O 均占比 98% 以上、超微粉的 C/O 为 0.47 明显低于细粉 1.32,超微粉中 O 元素的比例明显升高,表明其多糖和酚类化合物占比增加;且二者均含有 Mg、P、S、K、Ca、Cu、Zn 等 9 种无机元素,超微粉中还有 Na 元素存在;除 Mg 元素含量稍低于细粉外,玫瑰花超微粉中其他元素含量均高于细粉,说明其超微粉细胞壁破裂,细胞内有更多的元素成分释放出来。

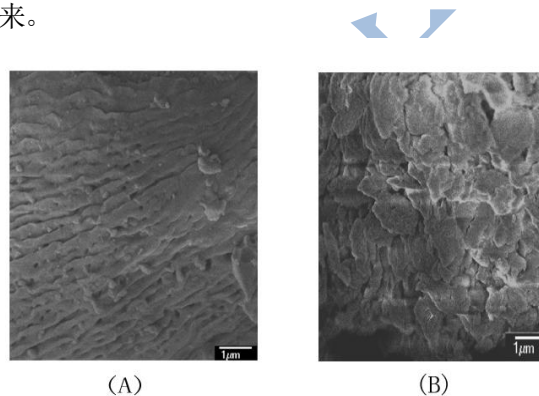


图 2 玫瑰花细粉和超微粉的扫描电镜图

Fig.2 SEM photographs of fine rose powder and superfine rose powder

表 1 玫瑰花细粉和超微粉中各元素含量

Table 1 Element intensity of fine rose powder and superfine rose powder

玫瑰花	C/O	Mg	P	S	K	Ca	Cu	Zn	Na
细粉	$1.32 \pm 0.01$	0.22	0.12	0.06	$0.47 \pm 0.01$	0.09	$0.01 \pm 0.01$	$0.02 \pm 0.02$	0.00
超微粉	$0.47 \pm 0.001$	0.14	$0.20 \pm 0.01$	0.07	$0.48 \pm 0.01$	0.12	0.07	$0.02 \pm 0.02$	$0.045 \pm 0.07$

## 2.3 红外光谱图

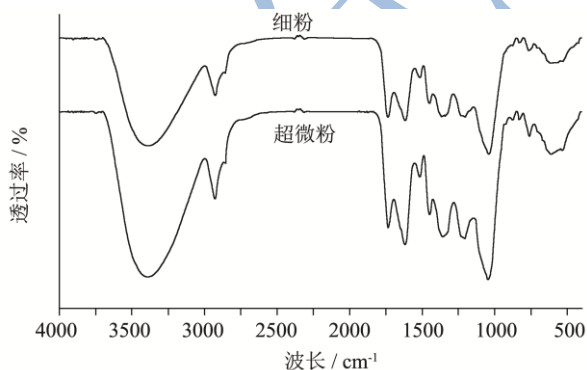


图 3 玫瑰花细粉和超微粉的红外光谱图

Fig.3 Infrared spectra of fine rose powder and superfine rose powder

玫瑰花超微粉和细粉的红外光谱如图 3 所示。由图 3 可以看出,两种玫瑰花粉体的红外谱图峰形基本一致,但吸收峰的相对强度存在差异。分别对红外光谱峰进行归属分析,并选取 C=O 伸缩振动峰强度为 1,

计算其它吸收峰的相对强度,结果见表 2。由表 2 数据分析可知:玫瑰花超微粉中的 O-H 伸缩振动峰、C-H 反对称伸缩峰、C=C 伸缩振动峰、CH<sub>2</sub> 弯曲振动峰、CH<sub>3</sub> 弯曲振动峰、C-O-C 伸缩振动峰、糖分子的特征峰的相对含量均高于玫瑰花细粉。进一步说明玫瑰花超微粉中大分子长链结构在超微粉碎中被破坏,短链结构增加,细胞壁破裂,多糖类等物质释放增加,这与 EDS 能谱数据分析结果一致。

## 2.4 持水力、持油力、溶解性

按照实验方法<sup>[11-12]</sup>,分别测定了玫瑰花超微粉和细粉的持水力、持油力和溶解性(表 3)。由表 3 可知,玫瑰花超微粉体和细粉均有一定的持水和持油能力,且玫瑰花细粉的持水和持油能力均高于超微粉,但玫瑰花超微粉体的溶解性高于细粉。这主要由于玫瑰花超微粉组织结构被破坏,纤维等分子的结构成分发生变化,长链结构断裂<sup>[11-12]</sup>,短链结构增加,使得纤维类物质对水分和油脂的束缚力减弱,持水和持油能力

下降, 可溶性成分易于溶出, 溶解性增加。

表 2 玫瑰花粉体的红外光谱分析

**Table 2 Infrared spectrum analysis of rose powder**

吸收峰位置/cm <sup>-1</sup>	吸收峰强度	吸收峰归属	玫瑰花细粉	玫瑰花超微粉
3396±2.00	强	O-H 伸缩振动峰	1.28±0.13	1.38±0.05
2925±2.83	中强	C-H 反对称伸缩峰	0.69±0.04	0.74
1734±1.41	中强	C=O 伸缩振动峰	1.00	1.00
1616	强	C=C 伸缩振动峰	0.79±0.35	1.13±0.02
1448±2.83	中等	CH <sub>2</sub> 弯曲振动峰	0.77±0.09	0.88
1361±8.48	中等	CH <sub>3</sub> 弯曲振动峰	0.88±0.18	1.07±0.01
1202±1.41	中强	C-O-C 伸缩振动峰	0.82±0.26	1.09±0.01
1044±5.66	强	糖分子的特征峰	1.33±0.22	1.43

表 3 玫瑰花细粉和超微粉的持水力、持油力和溶解性  
**Table 3 WHC, OHC, and solubility of fine rose powder and superfine rose powder**

	持水力/%	持油力/%	溶解性/%
玫瑰花细粉	510.54±1.23	222.44±2.36	11.82±2.23
玫瑰花超微粉	323.54±7.45	194.55±4.89	8.58±1.11

### 2.5 Zeta 电位

室温条件下, 分别测定了 0.05%(m/V)两种玫瑰花粉分散水溶液的 pH 和 Zeta 电位。结果显示: 玫瑰花超微粉和细粉分散液的 pH 分别为 5.73 和 5.59, Zeta 电位分别是-32.33 和-14.07 mV。由于玫瑰花超微粉的 Zeta 电位的绝对值大于 30 mV, 且超微粉的绝对值大于细粉, 根据胶体稳定理论<sup>[14]</sup>可以推断玫瑰花超微粉分散液较细粉更稳定。这主要是因为超微粉比表面积较大, 表面吸附能力较强, 粒子表面吸附更多离子, 使其微粒表面双电层间的斥力增加, 在水溶液中更稳定存在。因此, 分子或分散粒子越小, Zeta 电位绝对值越高, 体系越稳定。

### 2.6 浊度的分析

按照实验方法<sup>[13]</sup>, 测定福尔马肼标准混悬液 640 nm 的吸光度, 绘制标准浊度曲线如图 4 所示。将 0.01%(m/V)的两种玫瑰花粉分散水溶液分别在 25 °C、50 °C、80 °C、100 °C 水浴超声孵育 30 min, 其 640 nm 处吸光度。根据标准浊度曲线, 求其浊度值; 同时分别测定了两种玫瑰花粉分散液浊度随离子强度变化 (如图 5 所示)。

由图 5 可知, 水浴温度从 25 °C 升高至 80 °C, 两种玫瑰花粉分散水溶液的浊度均呈下降趋势, 且在 80 °C 左右降至最低。众所周知浊度越高, 粒子的分散性能越好<sup>[15]</sup>。由此推测玫瑰花细粉和超微粉在水溶液中的分散稳定性随温度的升高均呈下降趋势,

80 °C 条件下稳定性最低。这主要是由于温度升高, 粒子的运动加速, 粉体颗粒碰撞几率增大。而沸水浴后, 二者浊度均升高, 这主要是玫瑰花粉中蛋白质等物质变性, 分散颗粒团聚, 分散在水溶液中的营养成分达到平衡。

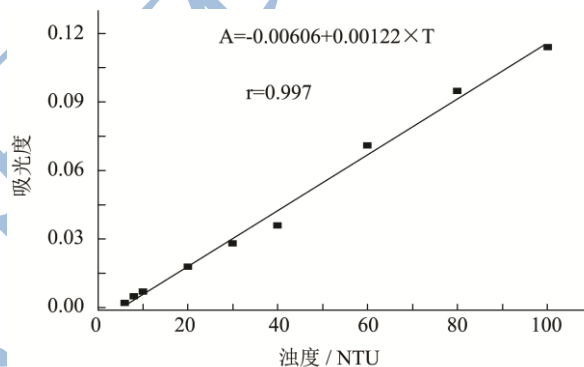


图 4 标准浊度曲线 (λ=640 nm)

Fig.4 Turbidity standard curve (λ = 640 nm)

无 NaCl 时, 25 °C、50 °C 和 80 °C 孵育时, 玫瑰花细粉的浊度平均值分别为 46.7、43.1 和 23.8; 超微粉浊度平均值分别为 54.9、37.8 和 35.7。但经沸水浴, 玫瑰花细粉的浊度值高于超微粉浊度值, 分别为 75.5 和 65.1。可以看出: 受温度影响, 细粉分散水溶液的浊度变化幅度大于超微粉, 表明超微粉的抗温度变化能力更强, 且 25 °C 和 80 °C 孵育时玫瑰花超微粉均较其细粉的分散稳定性高。有 NaCl 存在时, 25 °C 和 80 °C 温度条件下, 玫瑰花细粉的浊度略高于无 NaCl 存在时的浊度, 而其超微粉的浊度均略低。但经沸水浴, 细粉浊度受离子强度影响较无 NaCl 存在时明显降低, 说明 NaCl 浓度变化对细粉分散稳定性降低明显; 而此温度条件下, 超微粉的浊度明显高于细粉, 且在 0.6%(w/v) NaCl 介质中其浊度值约为细粉的 2 倍, 与无 NaCl 存在时基本一致。说明: 沸水浴条件下, 玫瑰花超微粉分散水溶液抗离子强度能力明显优于其细粉。

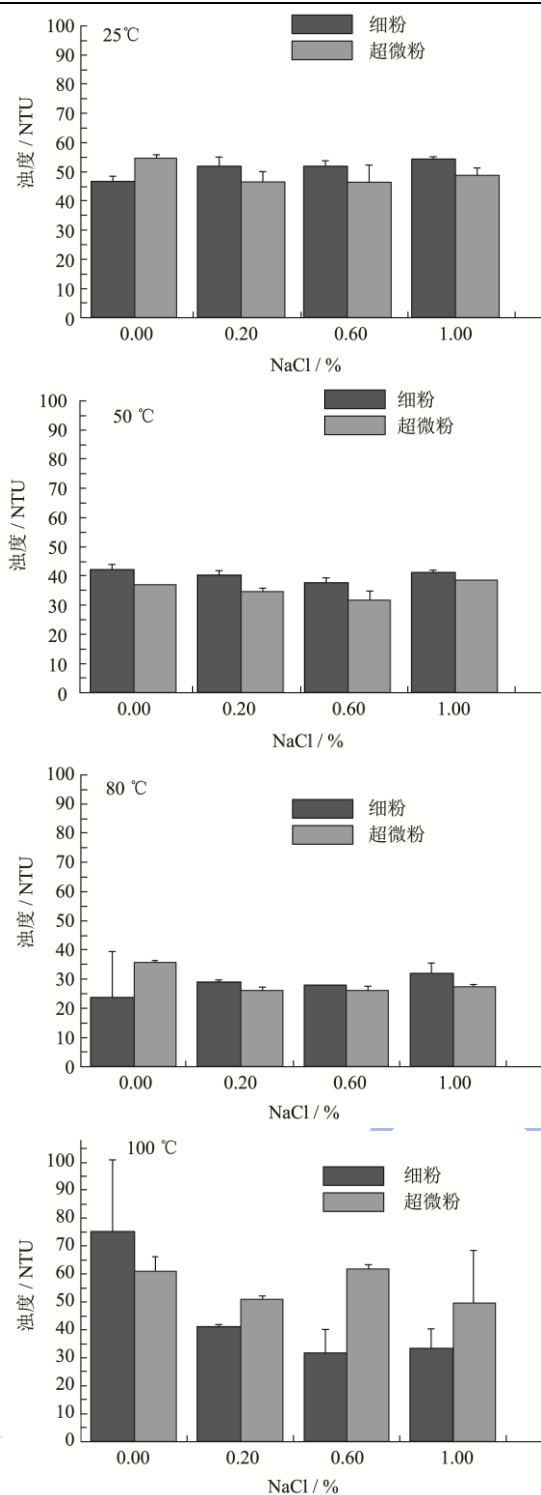


图5 温度和氯化钠浓度对玫瑰花细粉和超微粉溶液浊度的影响

Fig.5 Effects of temperature and sodium chloride on turbidity of fine rose powder solution and superfine rose powder solution

### 3 结论

玫瑰花超微粉较细粉粒径分布窄、比表面积大,组织结构和细胞壁破裂严重,有效物质释放增加;且持水力、持油力下降,溶解性增加,在水溶液的分散

稳定性更好。玫瑰花超微粉分散稳定性受温度影响较小,在高温条件下,玫瑰花超微粉分散水溶液抗离子强度效果更好。

### 参考文献

- [1] ZHAO Xiao-yan, DU Fang-ling, ZHU Qing-jun, et al. Effect of superfine pulverization on properties of astragalus membranaceus powder [J]. Powder Technology, 2010, 203(3): 620-625
- [2] 李华,袁春龙,沈洁.超微粉碎技术在葡萄籽加工中的应用[J].华南理工大学学报(自然科学版),2007,35(4): 123-126  
LI Hua, YUAN Chun-long, SHEN Jie. Application of superfine grinding technology in process of grape seeds [J]. Journal of South China University of Technology (Natural Science Edition), 2007, 35(4): 123-126
- [3] 赵巍,黎锡流,陈玲,等.应用超细粉体技术开发可食性资源[J].现代食品科技,2005,21(2): 213-216  
ZHAO Wei, LI Xi-liu, CHEN Ling, et al. Developing edible resource by ultra-fine powder technology.[J]. Modern Food Science and Technology, 2005, 21(2): 213-216
- [4] ZHANG Min, WANG Fang, LIU Rui, et al. Effects of superfine grinding on physicochemical and antioxidant properties of lycium barbarum polysaccharides [J]. LWT - Food Science and Technology, 2014, 58(2): 594-601
- [5] 马培艳,傅正义,苏艳丽.纳米黄芪粉的显微结构和有效成分溶出的研究[J].中草药,2005,36(8): 1162-1164  
MA Pei-yan, FU Zheng-yi, SU Yan-li. Microscopic characteristics and effective component's dissolution of nanoparticles of astragalus membranaceus var. mongholicus [J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2005, 36(8): 1162-1164
- [6] NIU Meng, HOU Gary G, WANG Li, et al. Effects of superfine grinding on the quality characteristics of whole-wheat flour and its raw noodle product [J]. Journal of Cereal Science, 2014, 60(2):382-388
- [7] GE Qin, MA Xia-jun. Composition and antioxidant activity of anthocyanins isolated from Yunnan edible rose (An ning) [J]. Food Science and Human Wellness, 2013, 2(2): 68-74
- [8] 林曼斌,张曼虹.紫马缨丹花色素的提取及稳定性研究[J].现代食品科技,2005,21(3): 70-75  
LIN Man-bin, ZHANG Man-hong. Study on extraction and stability of pigment in flowers of purple lantana camara [J]. Modern Food Science and Technology, 2005, 21(3): 70-75
- [9] 洪旻稹.玫瑰花营养成分分析及花青素稳定性研究[J].中国食物与营养,2011,17(10):74-77

- HONG Min-zhen. Nutrition and functional components analysis of rose and stability research of anthocyanins [J]. Food and Nutrition in China, 2011, 17(10): 74-77
- [10] KÖSE E, SARSILMAZ M, TAŞ U, et al. Rose oil inhalation protects against formaldehyde-induced testicular damage in rats [J]. Andrologia, 2012, 44 (S1): 342-348
- [11] 郑慧,王敏,吴丹.超微处理对苦荞麸理化及功能特性影响的研究[J].食品与发酵工业,2006,32(8): 5-9  
ZHENG Hui, WANG Min, WU Dan. The effect of super micro-milling on physical-chemistry and functional properties of tartary buckwheat bran [J]. Food and Fermentation Industries, 2006, 32(8): 5-9
- [12] 廖小军,胡小松,刘葳.胡萝卜粉的理化性质及其应用研究[J].食品科学,2004,25(2): 61-64  
LIAO Xiao-jun, HU Xiao-song, LIU Wei. Study on physical and chemical properties of 50 mesh and 100 mesh carrot powder and their application [J]. Food Science, 2004, 25(2): 61-64
- [13] GB/T 5750.4-2006,生活饮用水标准检验方法感官性状和物理指标[S]
- [14] GB/T 5750.4-2006, Standard examination methods for drinking water organoleptic and physical parameters [S]
- [15] DESHMUKH Kalim, AHMAD Jamil, JOSHI Girish, et al. Stability and electrokinetic properties of aqueous TiO<sub>2</sub> nanoparticles dispersion in polyallylamine and polyvinyl alcohol blend systems [J]. Journal of Polymer Research, 2014, 21(4): 393(1-9)
- [16] 许荣玉.固体颗粒的分散[J].山西化工,2008,28(1):32-36  
XU Rong-yu. Dispersion of solid particles [J]. Shanxi Chemical Industry, 2008, 28(1): 32-36