

干燥方式对铁皮石斛糖类成分的影响

陈才军¹, 缪丹旋¹, 贺文韬², 胡慧利³

1. 舟山市食品药品检验检测研究院(舟山 316012);

2. 浙江海洋大学食品与医药学院(舟山 361022); 3. 杭州市质量技术协会(杭州 310016)

摘要 以浙产铁皮石斛为原料, 探讨自然晾干、热风干燥、真空干燥和真空冷冻干燥4种方式对铁皮石斛糖类成分含量的影响。结果表明, 铁皮石斛干燥后多糖、甘露糖含量大小排列为真空冷冻干燥>热风干燥>真空干燥>自然晾干。考虑到成本及工艺繁琐程度问题, 在品质接近情况下, 于90℃热风干燥6h, 铁皮石斛中的多糖含量为35.61%, 甘露糖含量为19.04%, 甘露糖与葡萄糖比值在4.68左右, 可被广泛用于浙产铁皮石斛加工。

关键词 浙产铁皮石斛; 干燥方式; 多糖; 甘露糖

The Effect of Drying Ways on the Sugar Composition of *Dendrobium candidum*

CHEN Caijun¹, MIAO Danni¹, HE Wentao², HU Huili³

1. Zhoushan Food and Drug Inspection and Testing Institute (Zhoushan 316012); 2. School of Food and Medicine, Zhejiang Ocean University (Zhoushan 361022); 3. Hangzhou Quality Technology Association (Hangzhou 310016)

Abstract Natural air drying, hot air drying, vacuum drying and vacuum freeze-drying were used to dry the quercetin from Zhejiang Province, to study the effect of different ways on sugar composition content of *Dendrobium candidum*. The results showed that the polysaccharide and content of *Dendrobium candidum* were arranged as follows: vacuum freeze-drying>hot air drying>vacuum drying>natural air drying after drying. Considering the cost and cumbersome process, when the quality was close, 6 h hot air drying at 90 °C, the content of polysaccharide was 35.61%, mannose was 19.04%, and the ratio of mannose to glucose was about 4.68, which could be widely used in the processing of *Dendrobium candidum*.

Keywords *Dendrobium officinale* from Zhejiang Province; drying method; polysaccharide; mannose

铁皮石斛 (*Dendrobium officinale* Kimura et Migo) 属兰科草本植物, 石斛最早记载于2 000多年前的《神农本草经》, 为一种营养价值较高的药用植物, 被冠以“九大仙草之称”, 有药中黄金之称^[1]。铁皮石斛主要分布在我国云南、安徽、广东、浙江等地区的半阴湿的山地上, 其主要成分为多糖及生物碱^[2-3], 具有抗氧化^[4]、抗疲劳^[5-6]和增强机体免疫力^[7-8]等功能。近年来随着社会的快速进步以及环境的恶化, 在全球新型冠状病毒肺炎爆发前提下, 人类的亚健康问题越来越成为一个公众的焦点。铁皮石斛药材、饮片及以铁皮石斛为原料的保健品因能提高免疫而越来越受到欢迎。国内市场大量高质量铁皮石斛的需求, 除了增加产量外, 降低工艺制作成本、提高成品活性成分多糖含量以符合国家标准要求等品质问题越来越迫切。铁皮石斛加工工艺和仓储环境带来的质量下降问题由来已久, 种植加工企业一直以来凭传统经验加工炒制

石斛, 造成大量的资源浪费和经济损失。现阶段有大量文献报道铁皮石斛有效物质多糖的提取、纯化、检测及功能研究^[9-11], 干燥工艺精细化对多糖质量的影响研究报道较少。试验通过比较自然晾干、热风干燥、真空干燥和真空冷冻干燥4种干燥方法对铁皮石斛多糖含量的影响, 探究铁皮石斛的最优干燥条件, 为有效解决产品加工带来的质量下降问题、降低工艺成本提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

3年生铁皮石斛鲜条: 于2020年4月采摘, 产地浙江台州, 由浙江天台麒宇公司提供; 铁皮石斛剥去叶片装袋后冷藏备用, 使用时将冷藏的铁皮石斛鲜条用蒸馏水洗净, 沥干水分后切成7~9 cm小段, 干燥后置于真空干燥器中保存, 备用。

究, 2006(4): 45-47.

[9] 阿德勒戴维斯. 吃的营养科学观[M]. 呼和浩特: 内蒙古人民出版社, 2000: 73.

[10] 杨月欣. 中国食物成分表[M]. 北京: 北京大学医学出版社, 2004: 78.

[11] 闫博文, 赵建新, 张均叶, 等. 复合乳酸菌协同酵母菌发

酵对苏打饼干品质特性的影响[J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(4): 104-111.

[12] 王璋, 许时婴, 汤坚. 食品化学[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1999: 248.

[13] 朱清华. 酵母用于面食发酵的营养意义[J]. 中国食品工业, 1998(1): 34-35.

葡萄糖、甘露糖、盐酸氨基葡萄糖（均为中检院制备）；乙酸铵、甲醇（色谱纯）；浓硫酸、苯酚等试剂（均为分析纯，国药集团）。

GZX-9240MBE电热鼓风干燥箱（上海博迅仪器有限公司）；FZG-4电热真空干燥箱（南京华莎干燥设备有限公司）；TF-LFD-1真空冷冻干燥箱（上海田枫实业有限公司）；UV-2700紫外分光光度计[岛津（中国）有限公司]；AllegraX-30R高速冷冻离心机（贝克曼库尔特有限公司）；安捷伦1260高效液相色谱仪[安捷伦（中国）有限公司]。

1.2 干燥处理

取经过预处理的铁皮石斛鲜条，以不同方法（表1）干燥至含水率12%以下，再磨粉、过筛（Ⅲ号筛）、称取铁皮石斛粉末测定多糖、甘露糖及葡萄糖含量。

表1 干燥方法及干燥条件

干燥方式	干燥条件
自然晾干	置于通风的室内（4月），避免阳光照射，自然蒸发水分，取不同时间点测定含水率至12%以下
热风干燥	不同设定温度下，以最高风速的电热鼓风烘箱内干燥，取不同时间点测定含水率至12%以下
真空干燥	不同设定温度下，真空度为0.1 MPa的真空烘箱内干燥，取不同时间点测定含水率至12%以下
冷冻真空干燥	在-40℃下，取2份样品放入真空冷冻干燥机干燥不同时间，测定含水率至12%以下

1.3 铁皮石斛水分测定

准确称取3 g铁皮石斛粉末，平铺于扁形称量瓶

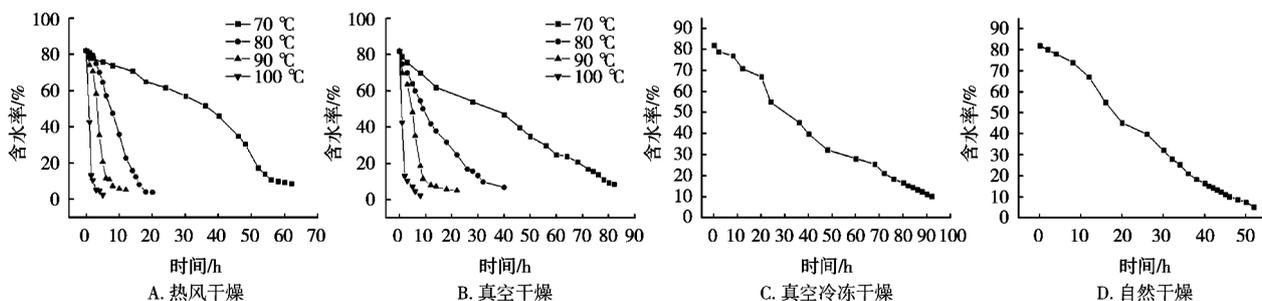


图1 4种干燥方式的干燥时间比较

2.2 干燥方法对铁皮石斛多糖含量的影响

由表2可以看出，自然晾干的多糖含量最低（23.58%），这是由于铁皮石斛在自然晾干的过程中仍进行呼吸作用，需要将石斛本身所含有的糖转换成能量以维持其呼吸作用。热风干燥和真空干燥在90℃所得干品多糖含量最多，分别为35.61%和36.84%，但都低于冷冻干燥（41.32%），在热风干燥条件下，铁皮石斛被干燥至相同含水率（10%）时，多糖含量受温度的影响较大，在70~80℃干燥条件下的多糖含量较低，明显低于90~100℃时的多糖含量（ $P < 0.05$ ），可能是由于低温下干燥时间较长，糖类物质参与的生化反应程度越大^[16]，导致糖类成分被氧化降

解。真空干燥也呈现相似的变化趋势，但是在较低温度下的多糖含量高于热风干燥的，而90~100℃下的多糖含量在真空干燥和热风干燥条件下并没有显著性差异（ $P > 0.05$ ），可能是由于真空干燥处在低氧环境中，糖类物质无法被氧化，而温度升高，干燥时间都相对较短，糖类物质损失都比较少，差异不明显。

$$\text{铁皮石斛含水率} = (m_1 - m_2) / m_1 \times 100\% \quad (1)$$

式中： m_1 是湿基质量， m_2 是干基质量。

1.4 铁皮石斛中多糖、甘露糖与葡萄糖含量测定

将干燥后不同温度下铁皮石斛粉末平行分为4组，按照《2015版药典》一部中铁皮石斛项下多糖、甘露糖、葡萄糖含量测定方法测定^[12]，含量均按干燥品计算。

2 结果与分析

2.1 不同干燥方式对铁皮石斛含水率影响

对试验选择的4种干燥方式按照1.4小节的试验方法测定铁皮石斛中的水分，结果显示将铁皮石斛鲜条干燥至含水率12%以下自然干燥需要15天左右，热风干燥在70，80，90和100℃条件下分别需要21，12，6和2.5 h，真空干燥在70，80，90和100℃条件下需要26，16，8和3.5 h，冷冻干燥需要26 h以上。热风干燥所需的时间比真空干燥要短，表明在相同的温度下，热风失水速率比真空失水速率快，自然晾干花费的时间太长，真空冷冻干燥耗能成本高、种植企业需要随时多次干燥的实际情况下，不符合企业规模化加工铁皮石斛产品的实际需求。而热风干燥最快，经济成本最低。4种干燥方式的干燥结果见图1。

解。真空干燥也呈现相似的变化趋势，但是在较低温度下的多糖含量高于热风干燥的，而90~100℃下的多糖含量在真空干燥和热风干燥条件下并没有显著性差异（ $P > 0.05$ ），可能是由于真空干燥处在低氧环境中，糖类物质无法被氧化，而温度升高，干燥时间都相对较短，糖类物质损失都比较少，差异不明显。

2.3 干燥方式对甘露糖、葡萄糖含量的影响

由表3可得，铁皮石斛的甘露糖含量在冷冻干燥下最高（21.40% ± 0.09%），自然干燥最低，接近于《2015版药典》规定的13.0%~28.0%最低限度，热风干燥和真空干燥各个温度下甘露糖含量变化不大（17.12%~19.89%之间），表明甘露糖对温度变化在

70~100 ℃下影响不明显。铁皮石斛葡萄糖含量也是在冷冻干燥下最高(6.07%±0.04%),自然干燥为最低,而热风干燥和真空干燥温度70~100 ℃下葡萄糖含量呈现随温度升高而下降的趋势($P>0.05$),且相同温度下热风干燥的葡萄糖含量略高于真空干燥的,相应2种干燥方式的甘露糖、葡萄糖峰面积比值在70~100 ℃下呈现随温度从2.99%到6.21%逐渐升高的趋势($P>0.05$)。在4种干燥方式下,冷冻干燥对甘露糖和葡萄糖保留度最高,自然干燥最低,热风与真空干燥的甘露糖含量则略低于冷冻干燥的,葡萄糖含量可选用90 ℃左右干燥较为适合,可避免企业常出现的比值过低或者过高导致不合格现象(2015年版中国药典规定该比值为2.4~8.0)。

表2 不同干燥方式所得铁皮石斛多糖含量

干燥方式	温度/℃	多糖含量/%	$S_{RSD}/\%$
自然晾干	室温	23.58	2.52
热风干燥	70	27.22	4.04
	80	30.55	4.35
	90	35.61	3.19
	100	32.12	6.54
真空干燥	110	28.11	0.87
	70	28.00	0.11
	80	31.97	2.18
	90	36.84	3.40
真空冷冻干燥	100	34.57	2.53
	110	30.81	1.39
	-40	41.32	4.18

表3 不同温度下热风干燥对甘露糖、葡萄糖含量的影响

干燥方式	温度/℃	甘露糖含量/%	葡萄糖含量/%	甘露糖、葡萄糖峰面积比
热风干燥	70	17.12±0.87	5.75±0.15	2.99±0.15
	80	18.53±0.59	5.27±0.06	3.52±0.11
	90	19.04±0.12	4.07±0.04	4.68±0.03
	100	19.57±0.24	3.56±0.11	5.50±0.07
真空干燥	70	19.44±0.81	4.91±0.17	3.96±0.16
	80	19.89±1.01	3.64±0.04	5.46±0.28
	90	19.04±0.42	3.34±0.02	5.70±0.13
	100	18.63±0.42	3.00±0.09	6.21±0.14
冷冻干燥	-40	21.40±0.09	6.07±0.04	3.53±0.01
自然干燥	室温	16.87±0.58	3.24±0.13	5.51±0.18

注:平均校正因子 $f=0.812$, $S_{RSD}=0.15\%$ 。

3 结论

铁皮石斛在4种干燥方式中,自然晾干速率最慢,所需时间最长,且由于铁皮石斛鲜条在空气中会进行有氧呼吸,导致糖类含量会有所下降,多糖含量仅23.58%,低于药典 $\geq 25.0\%$ 的要求。热风干燥和真空干燥的温度对含水率变化的影响比较显著($P<0.05$),铁皮石斛在这2种干燥方式下的干燥速率均随

着温度的升高而明显加快,在相同温度下,热风干燥的物料表面空气流动速度比在真空环境下好,干燥速率略大于真空干燥。多糖、甘露糖和葡萄糖含量在同一温度下也较为接近,且甘露糖在不同温度下变化不大,葡萄糖则随温度升高呈现下降趋势,甘露糖与葡萄糖峰面积比则相应上升。冷冻干燥后糖成分保留最高,且甘露糖与葡萄糖峰面积比为 3.53 ± 0.01 ,在安全范围内,为最优干燥方式。考虑到冷冻干燥的成本及工艺繁琐程度问题,在品质接近情况下,选择90 ℃热风干燥6 h,铁皮石斛中的多糖的含量仅次于冷冻干燥,甘露糖与葡萄糖比值在中位值左右,尽可能保留其多糖成分,又避免出现比值不合格情况发生,较为适合浙江产地铁皮石斛干燥加工。

参考文献:

- [1] 柳俊, 邱新雨. 铁皮石斛药理作用研究综述[J]. 河南农业, 2019(3): 58-59.
- [2] 韩晓红, 段春红, 阎贺静, 等. 铁皮石斛原球茎液体悬浮培养液研究进展[J]. 安徽农业科学, 2010, 38(20): 10570-10572.
- [3] 李燕, 王春兰, 王芳菲, 等. 铁皮石斛化学成分的研究[J]. 中国中药杂志, 2010, 35(13): 1715-1719.
- [4] 孙恒, 胡强, 金航, 等. 铁皮石斛化学成分及药理活性研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2017, 23(11): 225-234.
- [5] ZHANG J D, CHEN T, LI K, et al. Screening active ingredients of rosemary based on spectrum-effect relationships between UPLC fingerprint and vasorelaxant activity using three chemometrics[J]. Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci, 2019: 121854-121854.
- [6] 唐汉庆, 陈桦, 韦祎, 等. 铁皮石斛对运动疲劳小鼠能量代谢和CNTFmRNA表达的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(15): 164-167.
- [7] 张静, 朱雅琴, 祝宇龙. 铁皮石斛及其冻干粉对免疫抑制小鼠的免疫调节作用差异研究[J]. 安徽农业科学, 2019, 47(24): 180-181, 249.
- [8] 刘臻, 刘冬英, 胡志航, 等. 铁皮石斛粉对小鼠免疫功能影响的研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(21): 3041-3044.
- [9] 李佳, 杨晓丽, 杨小丹, 等. 响应面法优化铁皮石斛多糖的提取及其成分分析[J]. 热带农业科学, 2021, 41(10): 39-49.
- [10] 郜李彬, 曹征宇, 顾韵莉, 等. 不同附主种植的铁皮石斛有效成分检测分析[J]. 上海农业科技, 2017(2): 10-11.
- [11] 叶少文. 铁皮石斛中甘露糖的提取与检测方法优化[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(10): 4187-4191.
- [12] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典2015年版(一部)[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 282-283.