

DOI: 10.13652/j.issn.1003-5788.2019.02.025

# 石斛花鼓风干燥机理和感官品质变化规律

Study on mechanisms of draught drying and sensory quality change of *Dendrobium* flower

张珍林<sup>1,2</sup> 殷智超<sup>1,2</sup>

ZHANG Zhen-lin<sup>1,2</sup> YIN Zhi-chao<sup>1,2</sup>

(1. 皖西学院生物与制药工程学院, 安徽 六安 237012;

2. 植物细胞工程安徽省工程技术研究中心, 安徽 六安 237012)

(1. College of Biotechnology and Pharmaceutical Engineering, West Anhui University,

Lu'an, Anhui 237012, China; 2. Biotechnology Research Center of Natural Medicine,

West Anhui University, Lu'an, Anhui 237012, China)

**摘要:**基于远红外鼓风干燥和低频核磁共振探索霍山石斛花和铁皮石斛花干燥过程,构建适合干燥不同种类石斛花的基础参数模型,并使用质构分析仪研究石斛干花的感官品质变化规律。结果表明:远红外鼓风干燥仪干制后的霍山石斛花和铁皮石斛花,通过低频核磁共振发现,干品水分含量均是结合水,干品泡制后的复水性佳;利用干燥动力学模型所得数据与试验数据的相关系数平方高于 0.99,相关性很好;经质构仪测定,随着干燥次数增加,硬度和脆性也增加,干制品品质提高,延长了贮存期。

**关键词:**石斛花;低频核磁共振;质构分析;远红外干燥;感官品质

**Abstract:** Far-infrared drying and LF-NMR was used to explore the drying process of *Dendrobium huoshanense* flowers and *Dendrobium officinale* flowers. A basic parameter model of the *Dendrobium* flower was constructed, and the sensory quality of the flower was studied by texture analysis. The results showed that a basic parameter model of the drying of *Dendrobium* flower was constructed. The sensory quality analysis based on the NMR spectra and texture analyzer indicated that the composition of water after the drying process was primarily conjunctive. The high sensory quality of the hardness and brittleness of the dry flowers of *Dendrobium*. Flowers of dried *Dendrobium* species displayed good water uniformity. The experimental data and from a drying

dynamics model date with a correlation coefficient square  $>0.99$  were investigated. Correlation analysis of the drying process and the sensory quality of the *Dendrobium* flower indicated that the production of the dry flower could be enhanced.

**Keywords:** *Dendrobium* flower; LF-NMR; texture analysis; far-infrared drying; sensory quality

石斛为兰科草本多年生植物<sup>[1-2]</sup>。目前发掘并开发石斛的药、食、赏价值已经很成熟,但花作为石斛的一大亮点,在深度利用上没有得到很好的研发。由于石斛鲜花具有花期短、采收期把握难、产量低、鲜花不易保存等缺点<sup>[3-5]</sup>,所以干制作为石斛鲜花保存的主要方法被大家广泛采用。石斛鲜花的干燥是石斛花延长保存期的主要手段,干燥方法是影响石斛干花品质质量的重要环节<sup>[6]</sup>。

目前,行业内有多种形式的石斛花干制条件研究,资料<sup>[7-8]</sup>显示多是采用不同干制工艺条件,对于干制后样品进行简单的感官品质对比分析,没有从根本上阐述石斛花干制本质,也没有具体说明干制的石斛花品质质量和保质期的关系。要从本质上进行石斛花干燥方法的优化,需考察的关键对象不只是加工前后感官品质,还应该包括干制过程中受温湿度气流影响的干燥温度、干燥时间、干燥物品的堆积厚度变化。

本试验拟对霍山石斛花(米斛花)和铁皮石斛花干燥动力学和感官质量稳定性进行研究。将石斛花在干燥过程中水分状态变化作为研究切入点,利用远红外鼓风干燥装置进行干制,借助低频核磁共振仪<sup>[9-10]</sup>和质构仪<sup>[11]</sup>进行分析测定。为深入研究石斛花干制后营养成分和生物活性物质变化提供理论数据。

**基金项目:**安徽省教育厅自然科学基金重点项目(编号: KJ2018A0420);国家自然科学基金面上项目(编号: 81573536)

**作者简介:**张珍林(1985—),女,皖西学院讲师,硕士。

E-mail: 312771522@qq.com

**收稿日期:**2018-09-27

# 1 材料与方 法

## 1.1 材料与仪器

### 1.1.1 试验材料

霍山石斛鲜花、铁皮石斛鲜花:霍山县长冲中药材开发有限公司。

### 1.1.2 试验仪器

远红外鼓风干燥箱: DGT-G250 型,合肥华德利科学器材有限公司;

纽曼核磁共振成像分析仪: NMI20-015V-I 型,上海纽曼电子科技有限公司;

超技质构仪: TA-XT plus41905 型,台北超技仪器公司。

## 1.2 试验方法

1.2.1 试验条件 设定温度、时间、堆料厚度 3 个影响因素作为干制梯度的变量,2 种石斛花在同一梯度里采用相同条件烘干,室温下回软 3 d,再干制回软,如此重复 3 次;同时采用低频核磁共振自旋回波(CPMG)序列方法测定每次烘干后水分变化情况,用质构仪分析每次烘干后硬度和脆性的变化,确定试验变量条件如表 1 所示。

表 1 石斛花干制试验条件

Table 1 Dry test conditions of the *Dendrobium* flower

条件编号	温度/℃	时间/h	堆料厚度/mm
1#	50	8	20
2#	40	5	10
3#	30	3	5

1.2.2 CPMG 分析 在不同干制阶段取样用低频核磁共振的 CPMG 模式检测水分变化程度,然后利用 sirt 算法,迭代次数为 10 万次进行反演得到纵向弛豫时间( $T_2$ )谱图,主要测定参数设置:主频 21 MHz,偏移频率 61 789.03 kHz,累加采样次数 64,回波时间 0.5 ms,回波个数 10 000,重复采样等待时间 3 000 ms,接收机带宽 200,增益 3,90°脉冲时间 15  $\mu$ s,180°脉冲时间 30  $\mu$ s,得出水分变化曲线。

1.2.3 质构分析 在不同干制阶段下干制后对干制样品进行质构分析,根据重量法计算得到霍山石斛花和铁皮石斛花的含水率,用不同含水率表示测定阶段,来获取感官品质极优的石斛花,取一定质量的石斛干花放置直径 50 mm 器皿中,使用 P/36R 圆柱型探头进行压缩测试,硬度、脆性作为感官质量评价依据,主要测定参数设置:测前速度、测中速度、测后速度均为 1.00 mm/s,位移为 5.00 mm,应变 10%,触发力 50 g,采集点数 500。

1.2.4 干燥动力学模型分析 在不同的干燥时间段下,有效水分扩散系数( $D_e$ )能反应水分扩散快慢,有效扩散系数的计算可以根据已有的动力学假设模型得到,即菲

克第二定律,具体计算公式如式(1)。

$$\frac{W-W_e}{W_0-W_e} = \frac{8}{\pi^2} \exp(-\pi^2 \frac{D_e t}{L^2}), \tag{1}$$

式中:

$W$ ——干燥至某一时刻的样品重量,g;

$W_0$ ——样品初始重量,g;

$W_e$ ——干燥至含水率不变时重量,g;

$D_e$ ——有效扩散系数;

$t$ ——干燥时间,h;

$L$ ——堆料厚度,mm。

1.2.5 MSE 分析 对石斛干花复水速度和复水均匀性的分析是利用多层自旋回波(MSE)序列产生自旋回波图像进行的,根据核磁共振成像原理,在一幅自旋回波图像中,图像上每点的信号强度可根据式(2)来描述。

$$S = A [1 - \exp(-\frac{TR}{T_1})] \exp(-\frac{TE}{T_2}), \tag{2}$$

式中:

$S$ ——信号强度;

$A$ ——质子密度;

$TR$ ——重复时间,ms;

$TE$ ——回波时间,ms;

$T_1$ ——纵向弛豫时间,ms;

$T_2$ ——横向弛豫时间,ms。

通过成像特性分析可以得出石斛干花复水的矢状面、冠状面以及横截面,这些截面图均能展现石斛干花复水速度和复水均匀性。试验中,选择横截面作为成像图片。石斛干花沸水泡制,取 0.1 mg 样品按照 10,50,100,150,200,250,300,400,500,600 s 10 个时间阶段进行测试。主要测定参数设置:重复时间 1 600 ms、重复采样次数 6、回波时间 18 ms。

## 2 结果与分析

### 2.1 不同干燥阶段石斛花的干基含水率

不同干燥阶段石斛花的干基含水率如表 2 所示。根据设定的试验条件,发现 2 种石斛花随着干制次数增加,含水率都是降低的,说明这种干制方法在石斛花干燥工艺上是可行的。

### 2.2 不同干燥阶段石斛花的横向弛豫时间图谱

样品内部水分子主要以氢质子的形式存在,氢质子

表 2 不同条件下石斛花的干基含水率

Table 2 Moisture content of *Dendrobium* flowers dry base under different conditions %

试验条件	铁皮石斛花	霍山石斛花
1#	10	10
2#	8	7
3#	7	6

是弛豫过程的主要影响因素<sup>[12]</sup>。不同干燥阶段所显示的核磁共振弛豫时间不同,范围较广,一般为0.1~10 000.0 ms,弛豫峰谱有3~4个。根据 $T_2$ 值可以界定水分的不同相态,加权归一化后将10 ms与1 000 ms处作为分界, $T_2$ 谱中的峰分别对应石斛干花中3种状态的水:0~10 ms( $T_{21}$ )为结合水,水分子与其他大分子间紧密结合,弛豫时间短,先出峰,10~1 000 ms( $T_{22}$ )为半结合水,水分子与其他大分子结合较牢固,弛豫时间较短,出峰稍慢,1 000~10 000 ms( $T_{23}$ )为自由水,水分子自由流动,弛豫时间长,出峰慢。

通过图1发现,在不同的干燥时间段,霍山石斛干花和铁皮石斛干花信号幅度的大小变化不同,横向弛豫时间的大小变化也不同。但均具有规律性,在1#、2#、3#干燥阶段,2种干花的 $T_2$ 时间逐渐缩短,峰由左向右移动,结合水峰接收的信号幅度由高向低减小。不同品种的石斛花随着干燥次数的增加,自由水被全部除去,只有半结合态水和结合水,两者都是逐渐减少,信号越来越弱,根据热力学平衡原理可知这是石斛花在干燥过程水

分由低熵、低序状态向高能级、有序状态移动;能级越高、越有次序性,水分存在状态越稳定。

表3中列出了不同弛豫时间对应的峰面积,采用加权归一化方法得出不同峰面积下结合水和半结合水的相对含量。霍山石斛干花自由水相对含量为0.00%,半结合水相对含量为7.79%,结合水相对含量为92.19%,同理得出,铁皮石斛干花中3种状态水相对含量分别为0.00%,4.96%,95.04%,可见干制后石斛干花中水分主要以结合水状态存在。

### 2.3 CPMG干燥曲线与干燥动力学模型相关性分析

利用干燥动力学公式和试验水分比值(MR),拟合出 $\ln MR-t$ 线性方程。结果见表4。

分析表4发现,不同干制条件下的试验值与模型预测值相关性很好,相关系数均在0.99以上,说明利用干燥模型的值能够指导实际操作。有效扩散系数随着阶段式干燥,值也在逐渐减少,表明随着干制的深入,石斛花内部有效可扩散水分越来越少,进一步说明了干制后期主要以结合态水存在,和CPMG的弛豫图谱是相一致的。

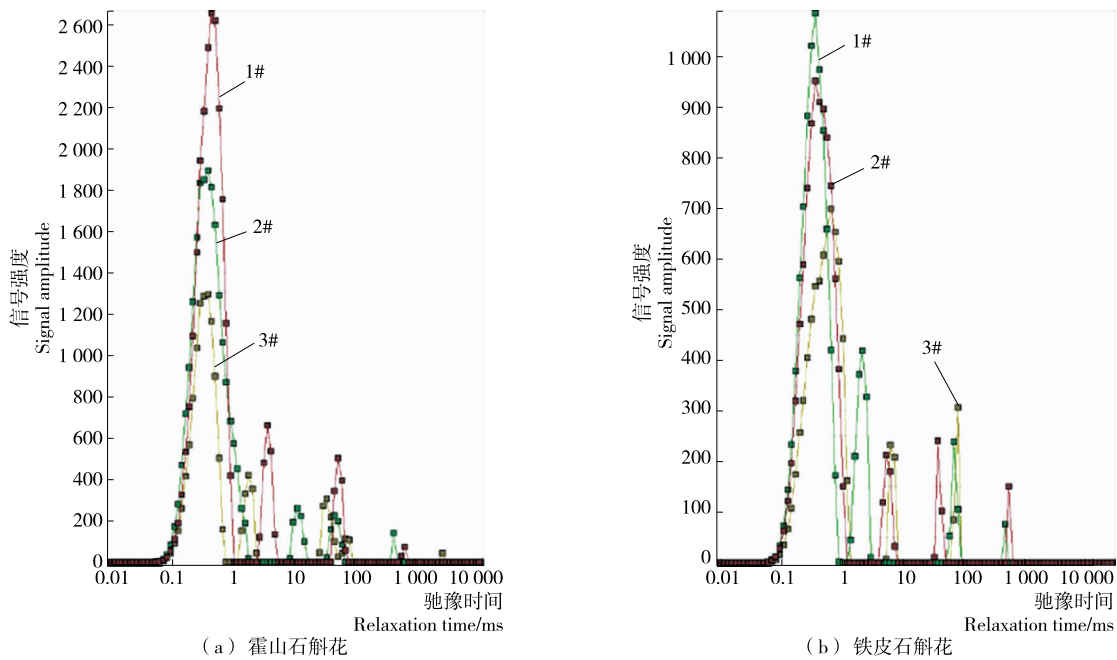


图1 石斛花干燥过程 $T_2$ 图谱

Figure 1  $T_2$  atlas of the drying process of *Dendrobium* flowers

表3 石斛花干燥过程 $T_2$ 谱的峰面积<sup>†</sup>

Table 3 Peak area of  $T_2$  spectrum during the drying process of the *Dendrobium* flowers

试验条件	霍山石斛花					铁皮石斛花				
	A21	A22	A23	A24	总峰面积	A21	A22	A23	A24	总峰面积
1#	22 645.73	1 038.28	1 453.08	638.83	25 777.78	8 845.93	542.95	353.52	150.00	9 892.41
2#	16 897.48	754.75	525.32	855.68	19 033.24	8 213.13	1 383.66	397.48	76.41	10 070.68
3#	9 097.64	964.36	619.29	251.62	10 932.93	6 788.76	447.54	391.87	0.00	7 628.18

<sup>†</sup>  $A_{21}$ 表示 $T_2$ 在0~1 ms的结合态水峰面积; $A_{22}$ 表示 $T_2$ 在1~10 ms的结合态水峰面积; $A_{23}$ 表示 $T_2$ 在10~100 ms的半结合态水峰面积; $A_{24}$ 表示 $T_2$ 在100~1 000 ms的半结合态水峰面积。

表 4 试验值和预测值结果

Table 4 Experimental and predictive values

样品	试验条件	线性方程	相关系数 $R^2$	有效扩散系数 $De/(m^2 \cdot s^{-1})$
霍山石斛花	1#	$\ln MR = -5 \times 10^{-4}t + 0.990$	0.993	$7.955 \times 10^{-9}$
	2#	$\ln MR = -6 \times 10^{-4}t + 0.936$	0.993	$1.668 \times 10^{-9}$
	3#	$\ln MR = -7 \times 10^{-4}t + 0.920$	0.995	$1.064 \times 10^{-9}$
铁皮石斛花	1#	$\ln MR = -4 \times 10^{-4}t + 0.990$	0.994	$8.563 \times 10^{-9}$
	2#	$\ln MR = -5 \times 10^{-4}t + 0.890$	0.995	$2.123 \times 10^{-9}$
	3#	$\ln MR = -6 \times 10^{-4}t + 0.990$	0.995	$1.326 \times 10^{-9}$

2.4 不同干燥阶段石斛干花的质构

为更好评价远红外干燥产品的质量,分别按霍山石斛花 5%,10%,15% 含水率和铁皮石斛花 7%,12%,17% 含水率进行质构分析,结果如表 5 所示。

表 5 不同含水率石斛干花质构值

Table 5 Texture value of Dry flower composition with different water content

样品	含水率/%	硬度/kg	脆性/(g · s)
霍山石斛花	15	1.158	1 151.908
	10	7.091	7 070.582
	5	7.703	7 053.014
铁皮石斛花	17	1.670	1 697.661
	12	7.003	6 967.553
	7	7.087	7 067.084

从表 5 可以看出,仅仅经过一次干制的霍山石斛花(15%)和铁皮石斛花(17%)的硬度和脆性都不是很高,结合 CPMG 脉冲序列分析的来看,干制的 1# 阶段,水分主要以半结合态形式存在,水分活度较高,在后期贮藏时就会出现不同层次的劣变化学反应,不利于贮藏<sup>[13]</sup>;再经过 2#、3# 阶段干制后,2 种花的硬度和脆性都上升到很大高度,CPMG 脉冲序列图也标示出水分状态主要是结合水,此种状态下,水分活度低,不利于劣变化学反应,可延长货架期,说明质构分析对于石斛花干燥过程也具有很强的指导作用。作为石斛花干制的表征参数,除干燥动力学分析得到的有效扩散系数和 CPMG 脉冲分析得到的水分状态外,也可以通过样品的质构分析得到。

2.5 石斛干花复水的弛豫特性图

石斛干花作为一种药食同源的花茶类饮品,不仅需要明确如何保存,也需要保证饮用时形态、口感和香气的最佳,为此进行了石斛干花复水后的 MSE 成像图谱观察,见图 2、3。

观察图 2、3 可以看出,自由水包围下的霍山石斛花干品和铁皮石斛花干品复水情况。图 2、3 中稍微有点亮的地方是自由水,而黑色的地方是石斛花干品,最亮的地

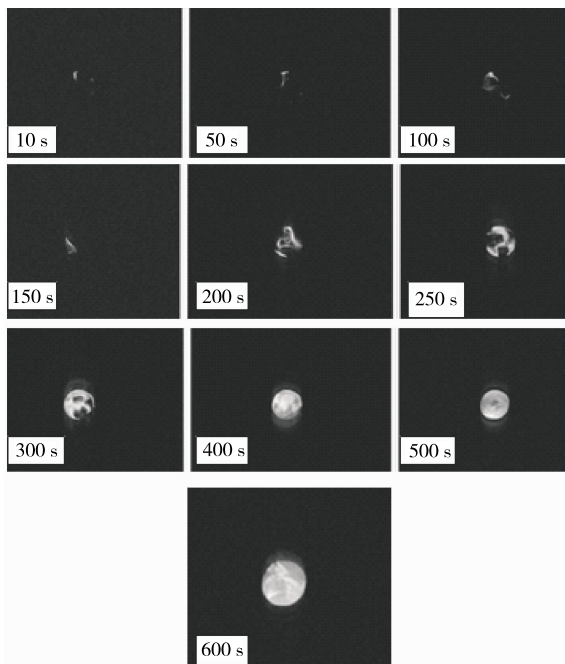


图 2 霍山石斛干花 MSE 复水图谱

Figure 2 MSE rehydration map of *D. huoshanense* stem flowers

方是石斛干花吸收的自由水,由于在 10 s 的就已经存在这样的亮点,由此可知 10 s 内石斛干花吸水已经开始;但从图 2 中可以看出,霍山石斛花复水速度稍慢于铁皮石斛花,主要是因为干制品中后者的结合水含量稍低于前者,铁皮石斛干花的水分活度大于霍山石斛干花,吸水速度自然就快,所以呈现出较快的复水速度。600 s 时,自由水已经完全吸入于霍山石斛干花和铁皮石斛干花细胞中,由此说明两者干品复水均匀性佳,干品质地均匀、干燥充分。从色、香、味、形观察泡制好的 2 种石斛花茶,在 600 s 时形态、口感和香气最佳。

3 结论

利用远红外鼓风干燥和间断一回软干燥方式,得到石斛花干基含水率都远远低于 10%。结合低频核磁共振仪 CPMG 序列、MSE 序列和质构仪分析出:① 石斛干花

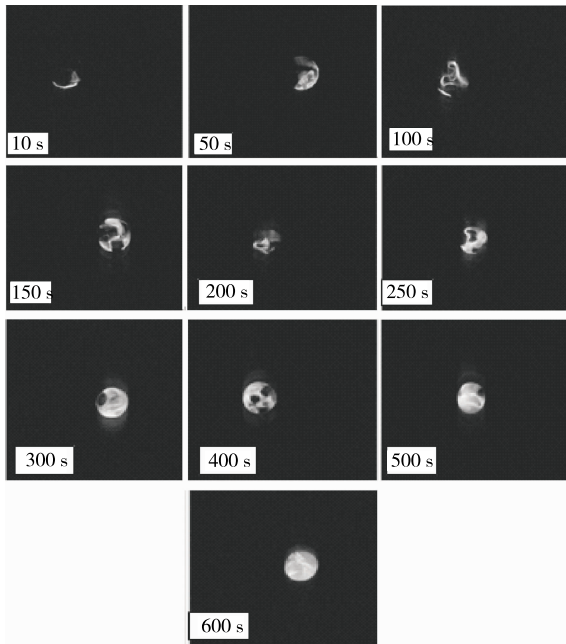


图3 铁皮石斛干花 MSE 复水图谱

Figure 3 MSE rehydration map of *D. officinale* stem flowers

中水分主要以结合水状态存在;② 石斛干花样品的复水速度快、复水均匀性好;③ 石斛干花硬度和脆性与干燥过程温湿度气流的热质传递动力学参数之间,表征出极大的关联性,随着干燥次数增加,硬度和脆性逐渐上升。

干燥本质是将具有一定湿度的气流作为干燥介质对产品进行一定时间的加工处理,从而达到产品的干制效果。本试验从本质上进行石斛干花品质变化研究,利用样品干制过程中温湿度气流的热质传递本质原理,分别从石斛鲜花干制过程中的水分状态变化、石斛干花硬度和脆性变化以及干花复水品质变化进行相关分析,补充干制前后样品只是进行简单感官品质对比分析的缺陷性。

后期将着重考察多种干燥方式对石斛花品质特性的

影响,并对石斛花干品和鲜品的营养成分、生物活性成分等作进一步研究,尤其对石斛花挥发油成分提取、分离进行深入研究,进一步增加石斛花的深加工产品,实现石斛花商品化生产。

### 参考文献

- [1] 吕圭源, 颜美秋, 陈素红. 铁皮石斛功效相关药理作用研究进展[J]. 中国中药杂志, 2013, 38(4): 489-493.
- [2] 谭秋. 夏季养生多喝些铁皮石斛花茶[J]. 现代养生, 2012(7): 48-49.
- [3] 霍昕, 周建华, 杨迺嘉, 等. 铁皮石斛花挥发性成分研究[J]. 中华中医药杂志, 2008, 23(8): 735-737.
- [4] 李文静, 李进进, 李桂锋, 等. GC-MS 分析 4 种石斛花挥发性成分[J]. 中药材, 2015, 4(38): 777-780.
- [5] 林萍, 毕志明, 徐红, 等. 石斛属植物药理活性研究进展[J]. 中草药, 2003, 34(11): 19-22.
- [6] 龚庆芳, 何金祥, 黄宁珍, 等. 铁皮石斛花化学成分及抗氧化活性研究[J]. 食品科技, 2014, 39(12): 106-110.
- [7] 戴亚峰, 张炜玲, 李滨, 等. 霍山石斛花茶加工方法研究[J]. 安徽农业科学, 2013, 41(19): 8 128-8 130.
- [8] 张雅琴, 丁作明, 安彦峰, 等. 铁皮石斛药材不同加工方法的比较[J]. 中国民族民间医药, 2015, 39(1): 23-25.
- [9] 张明辉, 李新宇, 周云洁, 等. 利用时域核磁共振研究木材干燥过程水分状态变化[J]. 林业科学, 2014, 50(12): 109-113.
- [10] 郝瑞, 刘伟华. 白肋烟干燥过程动力学及感官质量变化特征分析[J]. 科学技术创新, 2013(23): 91.
- [11] NAGY S, LEE H, ROUSEFF R L, et al. Nonenzymatic browning of commercially canned and bottled grape fruit juice[J]. Food Science, 1990, 38: 343-346.
- [12] 孙炳新, 赵宏侠, 冯叙桥, 等. 基于低场核磁和成像技术的鲜枣贮藏过程水分状态的变化研究[J]. 中国食品学报, 2016, 16(5): 252-257.
- [13] 白艺朋, 郭晓娜, 朱科学, 等. 降低水分活度延长荞麦半干面保质期的研究[J]. 中国粮油学报, 2018, 33(3): 28-33.
- [14] 李祥栋, 潘虹, 陆秀娟, 等. 薏苡种质的主要营养组分特征及综合评价[J]. 中国农业科学, 2018(5): 835-842.
- [15] 刘星, 毛丹卓, 王正武, 等. 薏仁种类的近红外光谱技术快速鉴别[J]. 光谱学与光谱分析, 2014, 34(5): 1 259-1 263.
- [16] 谢中华. MATLAB 统计分析与应用: 40 个案例分析[M]. 北京: 北京航空航天大学出版社, 2010: 354-373.
- [17] POMERANTSEV A L. Chemometrics in Excel [M]. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2014: 133-156.
- [18] 史峰, 王小川, 郁磊, 等. MATLAB 神经网络: 30 个案例分析[M]. 北京: 北京航空航天大学出版社, 2010: 112-132.
- [19] ADANKON M M, CHERIET M. Support Vector Machine[J]. Computer Science, 2002, 1(4): 1-28.
- [20] YUAN Zhe-ming, TAN Xian-sheng. Nonlinear Screening Indexes of Drought Resistance at Rice Seedling Stage Based on Support Vector Machine[J]. Acta Agronomica Sinica, 2010, 36(7): 1 176-1 182.
- [21] LIU Xing, ZHANG Xin, RONG Yu-zhi, et al. Rapid Determination of Fat, Protein and Amino Acid Content in Coix, Seed Using Near-Infrared Spectroscopy Technique [J]. Food Analytical Methods, 2015, 8(2): 334-342.
- [22] GALVÃO R K, ARAUJO M C, JOSÉ G E, et al. A method for calibration and validation subset partitioning[J]. Talanta, 2005, 67(4): 736-740.
- [23] 梁逸曾, 许青松. 复杂体系仪器分析: 白、灰、黑分析体系及其多变量解析方法[M]. 北京: 化学工业出版社, 2012: 217-220.

(上接第 81 页)