

干燥方法对三七切片有效成分和感官特性的影响

周国燕, 王春霞, 胡晓亮, 詹 博

(上海理工大学低温生物与食品冷冻研究所, 上海 200093)

摘 要: 采用真空冷冻干燥、热风干燥、真空干燥 3 种方法对新鲜三七切片进行干燥, 以三七有效成分——人参皂苷 Rg1 含量和感官特性为评价指标比较 3 种方法对三七切片品质的影响。结果表明: 真空冷冻干燥得到的三七切片成品人参皂苷 Rg1 含量显著高于真空干燥和热风干燥, 为 2.37%, 感官特性评分也显著高于真空干燥和热风干燥, 干燥后的三七切片成品表面黄白色、平滑无裂痕、质轻, 药味浓, 有良好的色泽及外观, 但脆性较大, 在包装和销售过程中切片易断裂; 真空干燥得到三七人参皂苷 Rg1 含量与热风干燥差异显著, 为 1.30%, 热风干燥最低为 1.11%, 真空干燥后三七感官评分与热风干燥无显著性差异。综合分析, 真空冷冻干燥得到的三七切片产品具有更好的品质。

关键词: 三七切片; 干燥方法; 有效成分; 感官特性

Influence of Drying Methods on Active Ingredient and Sensory Characteristics of Sanqi Slice (*Radix Notoginseng*)

ZHOU Guo-yan, WANG Chun-xia, HU Xiao-liang, ZHAN Bo

(Institute of Cryo-medicine and Food Refrigeration, Shanghai University of Science and Technology, Shanghai 200093, China)

Abstract: Sanqi (*Radix Notoginseng*) is one of the main traditional Chinese herbal medicines with great medicinal value. Drying has been shown as one of the important factors that influence the quality of Sanqi. In this study, the influence of freeze vacuum drying, hot air drying and vacuum drying on ginsenoside Rg1 content and sensory characteristics of Sanqi was compared. The ginsenoside Rg1 content of freeze vacuum-dried Sanqi was 2.37%, revealing a considerable increase when compared with vacuum-dried Sanqi and hot air-dried Sanqi. Moreover, freeze vacuum-dried Sanqi with a yellow-white, glossy, smooth and non-crack surface and a light weight, a very strong medicinal smell and a high crispness, leading to ease of breaking into pieces during packaging and distribution, scored much higher than vacuum dried Sanqi and hot air-dried Sanqi in sensory scores for overall quality characteristics. Vacuum-dried Sanqi and hot air-dried Sanqi showed a significant difference in ginsenoside Rg1 content with respective values of 1.30% and 1.11%, but no significant difference was observed in sensory scores for overall quality characteristics. Collectively, these results suggest that freeze vacuum drying allows better Sanqi quality.

Key words: Sanqi (*Radix Notoginseng*); drying method; active ingredient; sensory characteristics

中图分类号: TS205

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2011)22-0001-05

三七(*Panax Notoginseng*)与人参同属五加科人参属(*Panax*)植物, 主要产于我国云南文山地区, 生用可止血化瘀、消肿止痛, 是云南白药主要成分, 同株植物的花叶也能入药, 当茶饮。三七切片是三七的新鲜主根经切片干燥制得的初加工制品。现为 GB/T 19086—2008《地理标志产品: 文山三七》收载品种^[1]。

三七切片的有效成分包括三七皂苷、黄酮类化合物、三七多糖、挥发油、氨基酸等, 主要活性成分是三七总皂苷 (panax notoginsenosides, PNS), 皂苷成分是存在于植物中的一类结构较复杂的苷类化合物, 由人参皂苷 Rg1、Rb1、Re 和三七皂苷 R1 等成分组成^[2], 其中, 尤以人参皂苷 Rg1 和 Rb1 含量最高。由于人

收稿日期: 2011-06-30

基金项目: 国家自然科学基金青年基金项目(50206013); 上海市教委科研创新项目(09YZ230);

上海市重点学科建设项目(S30503); 上海理工大学微创励志创新基金项目

作者简介: 周国燕(1970—), 女, 副教授, 博士, 研究方向为食品冷冻冷藏和生物热系统。E-mail: efly_snow@163.com

参皂苷 Rg1 含量最高^[3], 故选取人参皂苷 Rg1 作为三七有效成分的指标性成分, 测定其含量。

目前, 三七切片生产中没有标准的干燥方法, 一般传统的干燥方法主要有日光自然晾晒、炭火烘烤等^[4]。但三七对高温具有不稳定性, 加工过程中温度不宜过高^[5]。与自然晾干相比, 使用干燥设备可以加快中药材干燥的速度, 缩短干燥周期。目前常用的设备干燥方法有热风干燥、真空干燥、真空冷冻干燥(冻干)等。热风干燥是常压将物料控制在一定温度并利用空气进行对流干燥, 是目前中药材大规模干燥生产的主要方法, 因其操作简便、一次处理量大、设备成本投入不高而被广泛应用^[6]。真空干燥是一种将物料置于负压条件下, 并适当通过加热达到负压状态下的沸点来干燥物料的干燥方式^[7], 在真空干燥过程中, 干燥室内的压力始终低于大气压力, 气体分子数少、密度低、含氧量低, 因而能干燥容易氧化变质的物料、易燃易爆的危险品等^[8]。真空冷冻干燥过程是将湿物料或溶液在较低的温度(-10~-50℃)条件下冻结成固态, 然后在真空(1.3~13Pa)条件下使其中的水分不经液态直接升华成气态, 最终使物料脱水干燥的一种干燥技术^[9]。真空冷冻干燥可以最大限度地保存药用有效成分的活性, 较好地保持药材的外观、品质、颜色、气味^[10]。但是真空冷冻干燥设备成本高, 结构复杂, 投资费用较大, 能耗大, 这导致了其生产成本增高, 大大限制了真空冷冻干燥产品的发展^[11]。

目前三七切片的主要品质评定指标是其有效成分的含量, 对于其他方面的品质评定还未见报道。本实验从有效成分含量和感官特性两方面比较热风干燥、真空干燥和真空冷冻干燥 3 种不同方法对三七切片品质的影响, 探究最适合三七的干燥方法, 分析每种方法的优缺点、完善评价体系, 为三七切片的生产加工提供科学评价依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

新鲜三七[云南文山产 2009 年春三七(30 头)] 禾康三七种植基地; 人参皂苷 Rg1 对照品(批号 110703-200726) 中国食品药品检定研究院。

甲醇、香草醛(晶体)、冰醋酸、高氯酸(均为分析纯) 天津市博迪化工有限公司。

1.2 仪器与设备

Advantage 2.0 Benchtop Freeze Dryer 型真空冷冻干燥机 美国 SP Industries 公司; 101-4 型恒温鼓风干燥箱、DZF-0B 型真空干燥箱 上海跃进医疗器械厂; BP 系列分析天平 德国赛多利斯公司; HH-6 数显恒温水浴锅 上海安锐自动化仪器有限公司; TDL-50B 型台式

离心机 上海金鹏分析仪器有限公司; SK5200LH 双频超声仪 上海科导超声波仪器有限公司; 7200 型可见光分光光度计 尤尼柯(上海)仪器有限公司。

1.3 方法

1.3.1 不同干燥方法最佳工艺流程

3 种干燥方法的最佳工艺流程(参考文献[12-14]的基础上, 经实验得到)分别如下:

真空冷冻干燥: 新鲜三七→预处理→切片(切片厚度 1mm)→摆盘→预冻结(预冻温度 -25℃)→真空冷冻干燥(一次干燥时间 3h、二次干燥温度 50℃、真空度维持在 40Pa 以内)→包装→成品→品质评价。

热风干燥: 新鲜三七→预处理→切片(切片厚度 1mm)→摆盘→热风干燥(干燥温度 40℃)→包装→成品→品质评价。

真空干燥: 新鲜三七→预处理→切片(切片厚度 1mm)→摆盘→真空干燥(干燥温度 30℃、真空度 50Pa)→包装→成品→品质评价。

1.3.2 有效成分含量的测定

1.3.2.1 对照品溶液制备

将 97.7% 对照品人参皂苷 Rg1 置干燥器中干燥 12h 后, 取 20mg 放入 50mL 容量瓶中, 加甲醇溶解至刻度, 摇匀, 即得到 0.3908mg/mL 的对照品溶液。

1.3.2.2 供试品溶液制备

将干燥后的三七切片研磨成粉末, 称取约 0.5g, 准确记录质量 m_1 , 放入 50mL 容量瓶中, 用乙醇溶解并稀释至刻度定容, 摇匀, 放入超声器中进行超声协助溶解。待完全溶解后取出容量瓶, 静置 15min。取一定量的提取溶液 5000r/min 离心 15min, 取上清液即为供试品溶液, 备用。

1.3.2.3 绘制标准曲线

分别吸取 1、2、3、4、5、6mL 的对照品溶液置于 10mL 带塞试管中, 80℃ 水浴挥干溶剂。再分别加入新配制的 5% 香草醛-冰醋酸溶液 0.2mL、高氯酸 0.8mL。60℃ 水浴 15min, 立即放入冰水中进行冷却。冷却后加入 5.0mL 冰醋酸, 摇匀, 放置 15min^[15]。以相应试剂作为空白对照, 在最大吸收波长 560nm 处测定上述对照品溶液的吸光度, 空白对照调零。以吸光度 A 为横坐标、人参皂苷 Rg1 的质量浓度 C /(mg/mL) 为纵坐标, 绘制标准曲线并求取回归方程。

得到的回归方程为: $C = 4.5038A + 0.0255$ ($R = 0.9994$)。

三七人参皂苷 Rg1 在 1h 内显色稳定, 故显色后需在 1h 内测定^[16]。

1.3.3 供试品溶液中人参皂苷 Rg1 含量的测定

吸取供试品溶液 6mL, 按上述方法测其吸光度 A ,

根据标准曲线计算对应三七溶液中人参皂苷 Rg1 的质量浓度 $C/(\text{mg/mL})$ 。取 3 次测定的平均值作为测量结果。

干燥后的样品中人参皂苷 Rg1 含量计算:

$$\text{人参皂苷 Rg1 含量} / \% = \frac{50 \times C}{1000 \times m_1} \times 100 \quad (1)$$

式中: C 为供试品溶液中人参皂苷 Rg1 的质量浓度 / (mg/mL) ; m_1 为真空冷冻干燥三七粉末质量 / g 。

1.3.4 感官特性评价

干燥成品三七切片的感官特性是最直接的评价指标, 包括从色泽、形态、香味 3 方面的评价。根据国标 GB/T 19086—2008, 新鲜三七主根表面呈黄褐色或棕褐色, 体重、质坚实, 有断续的纵皱纹及支根痕。春三七外形饱满、表面皱纹细密, 断面常呈灰绿色, 木质部菊花心明显, 无空穴, 气微, 味苦回甜。三七切片的纵切片呈长类圆形或不规则片状, 横切片呈圆形。干燥后的三七切片平整坚实, 横切面菊花心明显, 皱纹细密, 断面颜色均匀, 呈现黄绿色或灰绿色、无异味为佳^[17]。

表 1 三七的感官评分标准

Table 1 Sensory evaluation standards for Sanqi

指标	评分标准	评分
色泽(SZ)(10分)	呈淡黄色或正常色, 颜色均一, 光泽好	8~10
	颜色不均一, 光泽不足	5~7
	有异色或颜色发暗	0~4
香气(XQ)(10分)	天然三七香味浓郁	8~10
	有天然三七香味, 无异味	5~7
	无三七味或有明显异味	0~4
形态(XT)(10分)	表面平滑、无裂痕、未皱缩	8~10
	表面有裂痕、轻微皱缩	5~7
	严重坍塌、严重皱缩	0~4

挑选 10 名食品专业的研究生进行系统培训后作为评价员, 组成评价小组对不同方法干燥后三七切片的感官指标(表 1), 通过打分的方式对三七的色泽、气味、形状 3 方面进行评定, 并给出相应的分值, 每项满分为 10 分, 最终分值由三者加和而得。

2 结果与分析

2.1 有效成分含量测定

3 种干燥方法最优工艺制得三七切片的有效成分人参皂苷 Rg1 含量见表 2。

表 3 不同干燥方法所得产品有效成分含量的方差分析表

Table 3 Analysis of variance for Ginsenoside Rg1 contents of Sanqi slices dried by different methods

变异来源	偏差平方和	自由度	方差	F 值	$F_{\text{临界值}}$	显著性
处理间	8.240	2	4.120	2558.714	$F_{0.05(2,24)} = 3.40$	**
处理内	0.039	24	0.002		$F_{0.01(2,24)} = 5.61$	
总变异	8.279	26				

注: **.差异极显著, $P < 0.01$ 。下同。

方差分析结果见表 3, 各处理间差异极显著, 说明热风干燥、真空干燥和真空冷冻干燥这 3 种干燥方法对有效成分人参皂苷 Rg1 的含量有极显著性影响。

表 4 不同干燥方法所得产品有效成分含量多重比较分析表

Table 4 Multiple comparison of Ginsenoside Rg1 contents of Sanqi slices dried by different methods

方法 I	方法 J	均值差异(I-J)	标准误 / %	P 值	显著性
热风干燥	真空干燥	-0.1878	0.01892	0.000	**
热风干燥	真空冷冻干燥	-1.2544	0.01892	0.000	**
真空干燥	真空冷冻干燥	-1.0667	0.01892	0.000	**

由表 4 可知, 热风干燥和真空干燥、热风干燥和真空冷冻干燥、真空干燥和真空冷冻干燥均存在极显著性差异。说明真空冷冻干燥后三七成品人参皂苷 Rg1 含量极显著高于真空干燥和热风干燥。而真空干燥后三七成品人参皂苷 Rg1 含量极显著高于热风干燥。

这是由于真空冷冻干燥过程是在很低的温度下进行的, 而且基本隔绝了空气, 因此有效地抑制了热敏性人参皂苷 Rg1 发生生物、化学或物理变化, 并较好地保存了其活性。真空冷冻干燥是干燥热敏性物料和需要保持生物活性物质的一种有效办法^[18]。热风干燥的较高温度使热敏性三七有效成分人参皂苷 Rg1 发生降解, 同时热风的加入虽然缩短了干燥的时间, 但使有效成分挥

表 2 不同方法干燥的三七切片人参皂苷 Rg1 含量

Table 2 Ginsenoside Rg1 contents of Sanqi slices dried by different methods

方法	人参皂苷 Rg1 含量 / %									人参皂苷 Rg1 含量平均值 / %	标准差 / %	标准误 / %
热风干燥	1.03	1.11	1.15	1.16	1.09	1.12	1.16	1.12	1.08	1.11	0.0424	0.01414
真空干燥	1.31	1.34	1.28	1.35	1.28	1.33	1.31	1.29	1.27	1.30	0.02619	0.00873
真空冷冻干燥	2.27	2.34	2.43	2.34	2.41	2.36	2.38	2.41	2.37	2.37	0.04842	0.01614

发损失严重,因此有效成分含量最低。真空干燥的压力始终低于大气压力,避免了人参皂苷 Rg1 在干燥过程中发生氧化变质等生物化学变化^[19],但是由于真空干燥所需时间长,不可避免造成有效成分的降解损失,因此真空干燥后有效成分含量高于热风干燥,低于真空冷冻干燥。

2.2 感官特性评价

经过各干燥工艺优化,对各种干燥方式最优工艺条件下的三七切片感官特性进行评价。

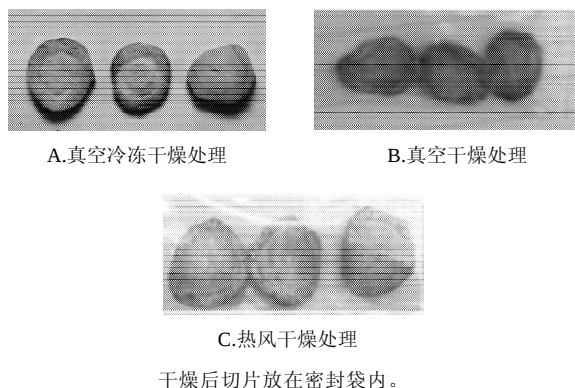


图1 不同干燥方法处理后的三七样品照片

Fig.1 Photographs of *Radix Notoginseng* slice in different drying methods

从图1可以看出,真空冷冻干燥后的三七切片样品表面比较平整,肉眼可明显看出菊花心木质部,颜色呈黄绿色,较新鲜,脆性较大,三七味较明显。这是由于真空冷冻干燥过程三七切片的干燥在冻结状态下完成,其物理结构和分子结构变化极小,组织结构和外观形态被较好地保存。而且干燥过程是在很低的温度下进行,且基本隔绝了空气,因此有效地保持了原料的色泽。经热风干燥后,三七切片样品的硬度大,色泽主要偏灰白色,且温度越高颜色越深,随着干燥温度的升高,产品的色泽也随之加深,部分较好工艺下样品颜色为黄绿色,但比真空冷冻干燥的成品颜色深;表面无明显的皱缩现象,无光泽,可以被接受,但整体外观没有真空冷冻干燥工艺的好;有一定的药味,但不浓郁,这主要是因为热风干燥过程中,空气的流动挥发了药味^[20]。经真空干燥后,三七切片样品颜色泛白,干燥温度越高成品的颜色越浅,越发黄白色;皱缩程度与温度关系较大,随着温度的升高皱缩越来越严重;药味不明显,这是因为真空干燥时间较长,不利于三七药性药味的保持。三七作为中药材,里面含有很多热敏性和易氧化性成分,如挥发油等^[21],干燥时间越长破坏越大,真空干燥的三七切片产品从若缩短干燥时间以保证外观品质优良,但会造成干燥不彻底等情况。

对其感官特性进行感官评定,结果如表5所示。

表5 不同干燥方式处理的三七切片的感官评价

Table 5 Organoleptic evaluation of *Radix Notoginseng* slice in different drying methods

方法	感官评价综合评分								平均得分	得分标准差	得分标准误差
热风干燥	20	19	17	21	19	18	15	12	17.25	2.915	1.031
真空干燥	24	15	20	15	16	15	19	18	17.75	3.196	1.130
真空冷冻干燥	29	24	15	29	29	27	25	25	25.38	4.658	1.647

表6 不同干燥方法所得产品感官评价的方差分析表

Table 6 Anova table of different drying methods

变异来源	偏差平方和	自由度	方差	F值	$F_{0.05(2,6)}$ 临界值	显著性
处理间	331.750	2	165.875	12.314	5.14	**
处理内	282.875	21	13.470		$F_{0.01(2,6)}=10.92$	
总变异	614.625	23				

方差分析结果如表6所示。各处理间存在极显著性差异,说明热风干燥、真空干燥和真空冷冻干燥这3种干燥方法对三七切片的感官特性有极显著性影响。

对3种干燥方法进行多重比较,结果如表7所示。从表7可知,热风干燥和真空冷冻干燥,真空干燥和真空冷冻干燥均存在极显著性差异。热风干燥和真空干燥不存在显著性差异。说明在感官评定方面,真空冷冻干燥方法得到的三七切片优于真空干燥和热风干燥。

表7 不同干燥方法所得产品感官特性多重比较

Table 7 Multiple comparisons of sensor different drying methods

方法I	方法J	均值差异(I-J)	标准误差	P值	显著性
热风干燥	真空干燥	-0.5000	1.8351	0.960	
热风干燥	真空冷冻干燥	-8.1250	1.8351	0.001	**
真空干燥	真空冷冻干燥	-7.6250	1.8351	0.001	**

3 结论

不同干燥方法对三七切片品质有影响,本实验从有效成分人参皂苷含量和感官特性两方面分析3种干燥方法的优缺点。

真空冷冻干燥后三七切片有效成分含量显著高于热风干燥和真空干燥产品。干燥后的三七切片成品表面黄白色、平滑无裂痕,质轻,药味浓,有良好的色泽及外观。感官评分显著高于热风干燥和真空干燥。但脆性较大,在包装和销售过程中切片易断裂。

真空干燥后三七切片有效成分含量显著低于真空冷冻干燥后产品。干燥后的三七切片成品表面色泽不理想,颜色发暗、泛白,无机盐析出严重。因干燥时间长,药味损失较严重。感官评分显著低于真空冷冻干燥后产品,与热风干燥差异不显著。

传统的热风干燥法对三七切片的影响较大,干燥后三七切片有效成分含量最低,与真空干燥后产品差异显著,与真空冷冻干燥后产品差异极显著。干燥后的三七切片成品表面呈灰白色,质重,有皱缩,药味较淡。干燥后的成品表面硬化现象严重。感官评分最低,与真空冷冻干燥后产品差异极显著低。与真空干燥无显著性差异。

综上所述,真空冷冻干燥得到的三七制品有效成分含量及感官评价最优,都显著高于真空干燥和热风干燥。但真空冷冻干燥设备一次性投入较大,工艺操作较复杂。相信随着真空冷冻干燥技术的日益成熟和完善,真空冷冻干燥设备生产成本的下降以及人们对高品质三七产品需求的增加,真空冷冻干燥技术在三七加工中的应用将越来越广泛。

参考文献:

- [1] GB/T 19086—2008 地理标志产品:文山三七[S].
- [2] 刘睿,高巨,王春红,等. G-821 树脂提取三七叶皂苷的工艺研究[J]. 中草药, 2007, 38(7): 1026-1028.
- [3] 王淑琴,于洪军,官廷荆. 中国三七[M]. 昆明:云南民族出版社, 1993.
- [4] 叶盛权,章超桦,吴晖. 太阳能、真空和冷冻干燥生产工艺对罗非鱼片的物理化学特性的影响研究[J]. 食品科学, 2006, 27(10): 400-402.
- [5] 郑光植,杨崇仁. 三七生物学及其应用[M]. 北京:北京科学出版社, 1994.
- [6] 李瑜,许时婴. 蒜片热风 and 真空干燥工艺研究[J]. 食品科学, 2008, 29(10): 168-170.
- [7] LIU Xuesong, QIU Zhifang, WANG Longhu, et al. Mathematical modeling for thin layer vacuum belt drying of *Panax notoginseng* extract[J]. Energy Conversion and Management, 2009, 50(4): 928-932.
- [8] 陈红,曹世瑜. 云南野生水蕨菜真空干燥工艺的研究[J]. 农产品加工, 2010(3): 40-42.
- [9] 华泽钊. 冷冻干燥新技术[M]. 北京:科学出版社, 2005.
- [10] 乔晓玲,闫祝炜,张原飞,等. 食品真空冷冻干燥技术研究进展[J]. 食品科学, 2008, 29(5): 469-474.
- [11] 田晓亮,孙晖,王兆俊. 对中药干燥工艺与设备的研究与探讨[J]. 中国制药装备, 2006(6): 10-12.
- [12] LAURENT S, COUTURE F, ROQUES M. Vacuum drying of a multicomponent pharmaceutical product having different pseudo polymorphic forms[J]. Chemical Engineering and Processing, 1999, 38(2): 157-165.
- [13] 张玉荣,周显青. 热风 and 真空干燥玉米的品质评价与指标筛选[J]. 农业工程学报, 2010, 26(3): 346-351.
- [14] SHITANDA D, WANJALA N V. Effect of different drying methods on the quality of jute (*Corchorus olitorius* L.)[J]. Drying Technology, 2006, 24(1): 95-98.
- [15] DALGLEISH J M. Freeze drying for the food industry[M]. London: Elsevier Applied Science, 1990.
- [16] 沈岚,冯怡,徐德生,等. 比色法测定三七花中总皂苷的含量[J]. 中成药, 2007, 29(9): 1368-1370.
- [17] ZHANG G D, ZHOU Z H, WANG M Z, et al. The analysis of *Panax ginseng* II, the measurement of saponin[J]. Acta Pharm, 1980(15): 175-180.
- [18] 常学东,蔡金星,高海生,等. 不同干燥方法对板栗感官性状的影响[J]. 食品科技, 2006(10): 81-83.
- [19] 任迪峰,毛志怀. 真空冷冻干燥在中草药加工中的应用[J]. 中国农业大学学报, 2001, 6(6): 38-41.
- [20] HU Qingguo, ZHANG Min, ARUN S, et al. Drying of edamames by hot air and vacuum microwave combination[J]. Journal of Food Engineering, 2006, 77(4): 977-982.
- [21] 莫志江. 中药材干燥方法概述[J]. 中国中药杂志, 2000, 14(5): 42-43.