

Z-综合评分法优化葛粉速溶颗粒制备工艺

时军*, 林婉婷, 廖华卫
(广东药学院中药学院, 广州 510006)

[摘要] 目的:探讨和优化葛粉速溶颗粒的制备工艺。方法:采用正交试验,选取糖粉-葛粉比例、泡打粉-葛粉比例、干燥温度为考察因素,以颗粒溶化时间和颗粒中总黄酮含量为指标,用Z-综合分析法优选制备工艺。按优选工艺制备3批样品,考察其性状、水分含量、溶化性及糊化试验等。Al(NO₃)₃显色法测定总黄酮含量。结果:最佳制备工艺为等量递增法往研钵中依次加入泡打粉1.2g,糊精1.8g,糖粉24g和葛粉33g混合均匀,加约5mL温水(35~40℃)混匀,捏成团块状,在35℃环境下放置40min,使其内部充满多而密的孔洞,体积膨大,质地松软,挤压过筛(10~14目),60℃干燥40min,整粒,即得葛粉速溶颗粒。制得3批样品,大小均匀,呈乳白色,色泽一致,无吸潮、结块、潮解现象,溶化性试验合格,85℃左右热水冲溶全部糊化。颗粒水分含量<6.0%,总黄酮含量0.327mg·g⁻¹。结论:葛粉速溶颗粒的制备工艺简便可行、稳定,总黄酮含量测定方法可用于其质量评价。

[关键词] 速溶颗粒; Z-综合评分法; 溶化时间; 总黄酮

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)19-0056-04

Optimization of Preparation Technology for Gefen Instant Granule by Z-comprehensive Scoring Method

SHI Jun*, LIN Wan-ting, LIAO Hua-wei
(College of Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate and optimize preparation technology of Gefen instant granule. **Method:** With dissolution time and the content of total flavonoids of this granule as indexes, ratio of sugar-*Pueraria lobata*, ratio of baking powder-*P. lobata*, drying temperature were chosen as investigation factors, preparation technology was optimized by orthogonal test with Z-comprehensive analysis method. Three samples

[收稿日期] 20120504(002)

[通讯作者] *时军,博士,讲师,从事中药新剂型及新技术研究, Tel:020-39352169, E-mail:shijun8008@163.com

- [5] 朱英环,孟宪生,包永睿,等. 余甘子总酚酸和总黄酮配伍抑制肝癌细胞增殖及对免疫功能的调节作用[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(3):132.
- [6] 郭姗姗,高英杰,时宇静,等. 一枝蒿总黄酮体外抗乙型肝炎病毒作用机理的实验研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 15(10):72.
- [7] 黄松,丁婕,郭云凤,等. 凉粉草总黄酮提取工艺优化[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(5):5.
- [8] 席忠新,王燕,刘波,等. 鼠曲草属植物化学成分与药理作用研究进展[J]. 医药导报, 2010, 29(11):1463.
- [9] Aquino R, Morelli S, Tomaino A, et al. Anti-oxidant and photo-protective activity of a crude extract of *Culcitium reflexum* HBK leaves and their major flavonoids[J]. J Ethnopharma, 2002, 79(2): 183.
- [10] Meragelman T L, Silva G L, Mongelli E, et al. Ent-Pimarane type diterpenes from *Gnaphalium gaudichaudianum*[J]. Phytochem, 2003, 62(4): 569.
- [11] 李超,王孟楚. 鼠曲草总黄酮的抗氧化活性研究[J]. 中国食品添加剂, 2012, 23(1):111.
- [12] 王世宽,冉然,侯华. 超声波强化提取鼠曲草中总黄酮的研究[J]. 四川理工学院学报, 2008, 8(4):61.
- [13] 冯丽敏,赵瑞芝,王银洁,等. 银屑灵片中芍药苷和甘草酸的提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(2):25.

[责任编辑 全燕]

were prepared by optimized technology, and their properties, melting, water content and pasting test were investigated. The content of total flavonoids was determined by aluminum nitrate chromomeric method. **Result:** The best preparation process was as follows: uniform mixed baking powder 1.2 g, dextrin 1.8 g, sugar 24 g, and *P. lobata* 33 g sequentially by equal increment method, mixed evenly with about 5 mL hot water (35-40 °C), shaped into lump, placed at environment of 35 °C for 40 min to make its interior with multiple and dense holes, volume expansion and soft texture, squeeze sieved, dried at 60 °C for 40min, arranged granules, and then Gefen instant granule were gained. Prepared 3 batches of samples had uniform size, milky white, color consistency, no absorption of moisture, agglomeration and phenomenon of deliquescence. Melting test qualified, it dissolved completely at about 85 °C in hot water. The moisture content was less than 6.0%, and the content of total flavonoids was 0.327 mg·g⁻¹. **Conclusion:** This optimized preparation technology was simple, feasible and reproducible, and the content of total flavonoids determination method was suitable for quality control of Gefen instant granule.

[**Key words**] instant granule; Z-comprehensive scoring method; melting time; total flavonoids

葛粉即葛根淀粉,为豆科植物野葛 *Pueraria lobata*(Willd.) Ohwi 的根经粉碎磨浆,浆渣分离及干燥而成的淀粉,得率约 20%。葛粉具有发汗解表、升阳散火之功,对糖尿病、心血管疾病、肠胃消化系统等疾病有一定疗效,其主要活性成分为葛根素、黄豆苷等黄酮类物质,具清心明目、扩张血管、降血压、抗癌等作用,素有“南葛北参”的美誉^[1-2]。葛粉还可用作食品原料和制作保健食品,冲泡后即晶莹剔透,幼滑细腻,清香爽口的胶体,是一种理想的清火及开胃食品^[3]。我国葛根药用资源丰富,葛根中淀粉含量 > 20%,开发葛粉保健食品潜力巨大。目前市场上已有葛粉果冻、葛粉果酱、葛粉冰淇淋等产品,但其中葛粉添加量较少,葛粉直链淀粉含量较高,溶胀性能差,给添加带来难度^[4]。市场上含原淀粉纯度高的葛粉,食用前必须先用少量凉开水调成芡,再用沸水冲调,并不断搅拌,冲调食用不便^[4]。同时由于葛根淀粉糊化温度较高,极易造成糊化不足,有时需再次煮沸。故本试验拟将葛粉制备成速溶颗粒,采用正交试验优选制备工艺,同时对其进行初步质量考察,为葛粉保健食品开发提供依据。

1 材料

Shimadzu AY120 型电子分析天平(裕鑫实业有限公司),202-2AB 型电热恒温干燥箱(天津市泰斯特仪器有限公司),UV-2450 型紫外-可见分光光度计(日本岛津)。

葛粉(批号 20110514, 20110515, 20110520, 黄山市绿润食品有限公司)。泡打粉(批号 20111021, 杭州市红星化工有限责任公司),芦丁对照品(中国药品生物制品检定所,批号 100080-200306),其他

试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 葛粉速溶颗粒的初步制备 不加入泡打粉,只添加不同比例葛粉、糊精、糖粉,加入少量水制成的葛粉颗粒,以及以冲浆法或煮浆法制成的葛粉颗粒在冲溶时,都出现明显的夹生现象。故拟加入泡打粉为辅料进行葛粉速溶颗粒的制备。以等量递增法往研钵中依次加入泡打粉 1.8 g,糊精 7.2 g,糖粉 18 g 和葛粉 33 g 混合均匀,加入约 5 mL 温水(35~40 °C)混匀,捏成团块状保持在 35 °C 环境下放置 40 min,使其内部充满多而密的孔洞,体积膨大,质地松软,挤压过筛(10~14 目),60 °C 干燥 40 min,整粒,即得。

2.2 糊化时间测定^[5] 取供试样品 10 g,加热水 [(85±5) °C] 70 mL,搅拌。鉴于葛粉的糊化试验需搅拌,而搅拌速度是非常重要的影响因素,因此以 2 圈/s 来定义糊化试验过程中搅拌速度。记录颗粒完全糊化所需时间。

2.3 总黄酮含量测定^[6-7] 精密吸取 0.2 g·L⁻¹ 芦丁对照品溶液 0, 0.5, 1.0, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0 mL, 分别置于 10 mL 量瓶,加入 5% NaNO₂ 溶液 0.3 mL,摇匀,放置 6 min,加入 10% Al(NO₃)₃ 溶液 0.3 mL,摇匀,放置 6 min,加入 1 mol·L⁻¹ NaOH 溶液 4 mL,加 30% 乙醇稀释至刻度,摇匀,放置 15 min。以蒸馏水做空白对照,于 508 nm 波长处测定吸光度(A)。以芦丁对照品质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,得回归方程 $A = 10.536C + 0.0014$ ($r = 0.9999$),芦丁对照品在 0.01~0.08 g·L⁻¹ 与 A 呈良好线性关系。日内和日间精密度 RSD 分别为 1.13%, 3.71%, 平均加样回收率 98.71%, 重复性试验与稳定性试验

RSD 分别为 2.43% ,1.10% 。

2.4 制备工艺优选 在单因素试验基础上,确定糊精-葛粉 2.5:11,加糊精至总固体粉末量 60 g。以糖粉-葛粉比例、泡打粉-葛粉比例、干燥温度为考察因素,采用 $L_9(3^4)$ 正交表安排试验,因素水平见表 1。

表 1 葛粉速溶颗粒的制备工艺优选正交试验因素水平

水平	A	B	C
	糖粉-葛粉	泡打粉-葛粉	干燥温度/℃
1	6:11	0.4:11	60
2	7:11	0.6:11	70
3	8:11	0.8:11	80

颗粒糊化性能和总黄酮含量是葛粉速溶颗粒的重要特征,故将其作为考察指标,运用多指标综合评价结果^[8]。将各项结果归一化处理,采用多指标 Z-综合评分法进行评分。

$$Z_i = \frac{X_i - \bar{X}_i}{S_i} \quad (1)$$

$$\sum Z_i = \sum Z_i \text{ 高优} - \sum Z_i \text{ 低优} \quad (2)$$

其中, Z_i 为指标归一化后的得分值, X_i 为指标值, \bar{X}_i 为指标值平均值, S_i 为指标值的标准方差; $\sum Z_i$ 为高优指标和低优指标的差值。总黄酮含量为高优指标,完全糊化时间为低优指标,各指标归一化指标的结果见表 2,方差分析见表 3。

由表 2,3 结果可知,糖粉、泡打粉用量、干燥温度对颗粒溶化时间和总黄酮含量均有显著性影响,各因素主次顺序为 $B > A > C$ 。确定最佳水平为 $A_3B_1C_1$,即糖粉-葛粉 8:11,泡打粉-葛粉 0.4:11,干燥温度 60℃,干燥时间 40 min。根据优化条件进行验证试验。结果发现,制得的葛根速溶颗粒大小均匀,色泽一致,糊化时间 28 s,总黄酮含量 $0.341 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

2.5 葛粉速溶颗粒的性质考察 按优选的制备工艺制备 3 批葛粉速溶颗粒样品,进行初步质量考察。等量递增法往研钵中依次加入泡打粉 1.2 g,糊精 1.8 g,糖粉 24 g 和葛粉 33 g 混合均匀,加入约 5 mL 温水(35~40℃)混匀,捏成团块状保持在 35℃ 环境下放置 40 min,使其内部充满多而密的孔洞,体积膨大,质地松软,过筛(10~14目),60℃ 干燥 40 min,整粒。制得 3 批样品,批号分别为 20120310,20120311,20120312。结果 3 批颗粒大小均匀,呈乳白色,色泽一致,无吸潮、结块、潮解现象。

2.5.1 水分含量测定 对 3 批颗粒的含水量进行测定,结果分别为 5.23%,5.47%,4.96%,说明符合规定。

表 2 葛粉速溶颗粒制备工艺优选正交试验安排

No.	A	B	C	D	300-XS/s	总黄酮含量/ $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$	归一化指标
1	1	1	1	1	234	0.374	0.011
2	1	2	2	2	245	0.270	-0.274
3	1	3	3	3	270	0.312	-0.268
4	2	1	2	3	233	0.326	-0.098
5	2	2	3	1	253	0.340	-0.139
6	2	3	1	2	259	0.320	-0.208
7	3	1	3	2	242	0.426	0.104
8	3	2	1	3	240	0.409	0.071
9	3	3	2	1	250	0.313	-0.191
K_1	-0.177	0.006	-0.042	-0.106			
K_2	-0.148	-0.114	-0.188	-0.126			
K_3	-0.005	-0.222	-0.101	-0.098			
R	0.172	0.228	0.146	0.028			

注:300-XS 为 300 s 内全部颗粒糊化所用时间。

表 3 归一化指标方差分析

方差来源	SS	f	F	P
A	0.051	2	51.0	<0.05
B	0.078	2	78.0	<0.05
C	0.032	2	32.0	<0.05
D(误差)	0.001	2	1.0	

注: $F_{0.10}(2,2) = 9.00, F_{0.05}(2,2) = 19.00$ 。

2.5.2 颗粒溶化性及糊化试验 按《中国药典》2010 年版颗粒溶化性检查,取供试样品 10 g,加热水 200 mL,搅拌 5 min,立即观察。可溶性颗粒应全部溶化,允许有轻微混浊^[9]。3 批样品的溶化性试验全部合格。用 70~80℃ 热水冲溶葛粉速溶颗粒时,搅拌 40 s 后全部溶化,但颗粒中葛粉未能完全糊化,用超过 80℃ 热水冲溶,葛粉速溶颗粒在搅拌 30 s 后全部溶化且糊化,成乳白色胶体状。

2.5.3 总黄酮含量测定 取颗粒样品 3 批,各 5 g,每批平行操作 3 份,精密称定,加入 70% 乙醇 50 mL,25℃ 超声 3 次,每次 30 min,合并滤液,蒸馏回收乙醇至 50 mL,取出置于蒸发皿中 80℃ 水浴挥干,残渣加 70% 乙醇溶解并定容至 10 mL。精密吸取 4 mL 至 10 mL 量瓶中,30% 乙醇定容,摇匀,制成供试样品溶液 I。精密吸取供试样品溶液 I 各 3.6 mL,分别置于 10 mL 量瓶中,加入 5% NaNO_2 溶液 0.3 mL,摇匀,放置 6 min,加 10% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 溶液 0.3 mL,摇匀,放置 6 min,加 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaOH}$ 溶液 4

mL,加入 30% 乙醇稀释至刻度,摇匀,放置 15 min,制成供试样品溶液 II,依法测定 A。以制成供试样品溶液 I 0 mL 同上述操作,作为空白对照,在 508 nm 波长下测定 A,计算样品中总黄酮含量。结果见表 4。

表 4 葛粉速溶颗粒中总黄酮含量测定

批号	A	总黄酮含量 /mg·g ⁻¹	$\bar{x} \pm s$
20120310	0.221	0.289	0.321 ± 0.028
	0.262	0.344	
	0.251	0.329	
20120311	0.253	0.332	0.344 ± 0.011
	0.264	0.346	
	0.270	0.354	
20120312	0.285	0.374	0.316 ± 0.050
	0.222	0.291	
	0.216	0.316	

3 讨论

葛粉直接冲调或冲调不当有夹生现象,原因在于葛粉中直链淀粉含量高(60.06%),其在沸水中不会溶胀,故难以糊化。葛粉冲调必须经过有限溶胀过程^[10]。直链淀粉分子之间互相缠结以及与水分子之间氢键结合,生成三维的立体网络结构,阻止外部的水分进一步渗入,表面淀粉虽已糊化,但内部仍保持原状,导致夹生现象^[11]。

葛粉速溶颗粒的辅料及制备工艺要保证葛粉良好的分散性与润湿性。糊精在颗粒干燥时会重新变成结晶,在淀粉颗粒之间形成“固体桥”。颗粒水化后,液体便会借助渗透作用,将“固体桥”溶解,形成空穴,减小颗粒之间附着面积,使原本粘附着的颗粒分开,继而在沸水中均匀分散。通过制粒使水分渗入的通道变大,水分就易于渗入,使颗粒大小适宜,热水达到颗粒中心点时,中心点的淀粉也就能保持较好的糊化度,就可达到使淀粉分散、糊化的目的^[12]。泡打粉是常用的食品添加剂,由酸性粉末

(酒石酸)及碱性粉末(苏打粉)混合而成,并填充以玉米淀粉。泡打粉接触水后,酸性及碱性粉末同时溶解而起泡腾反应,释出 CO₂,气体会使葛粉颗粒达到膨胀及松软的效果,水分更易于渗入颗粒的中心而促进溶化。

[参考文献]

- [1] 裴莉昕,陈随清,纪宝玉,等.不同产地葛根药材的质量分析[J].中国实验方剂学杂志,2009,15(10):24.
- [2] 郑皓.葛根的研究与开发现状[J].氨基酸和生物资源,2006,28(2):24.
- [3] 刘云,张瑶,和润喜.葛根及葛根食品的研究与开发现状[J].中国林副特产,2012,6(1):94.
- [4] 张培培,王卫锋,崔北米.葛粉传统加工方法改进及有效成分变化研究[J].食品科技,2008,33(11):98.
- [5] 叶为标.淀粉糊化及其检测方法[J].粮食与油脂,2009,12(1):7.
- [6] 周程艳,马红翠,王美,等.不同采收期杜仲叶和果实中总黄酮和多糖含量比较[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(14):111.
- [7] 熊劲宇,时军,吴伏娟,等.岭南习用中药五指柑中木犀素及总黄酮的含量测定[J].广东药学院学报,2011,27(5):480.
- [8] 时军,黄嗣航,王小燕.Z-综合评分法优化丹皮酚阳离子脂质体凝胶剂制备工艺[J].中国实验方剂学杂志,2012,18(3):32.
- [9] 中国药典.一部[M].2010:附录 I C,附录 6.
- [10] 王光慈,陈宗道,包先进,等.葛根淀粉的形态结构及特性研究[J].西南农业大学学报,1996,18(1):91.
- [11] Doublier J L, Llamas G, Meur M L. A rheological investigation of cereal starch pastes and gels effect of pasting procedures. [J]. Carbohydrate Polymers, 1987(7):251.
- [12] Cheng Y, Shao Y, Tseng K. Gelation mechanism and rheological properties of rices starch[J]. Ceval Chem, 1995,72(4):393.

[责任编辑 全燕]