

超微粉抗鸡热应激中草药添加剂的吸湿性研究

孙齐英

(江汉大学 生命科学学院, 湖北 武汉 430056)

摘要:目的: 探讨超微粉抗鸡热应激中草药添加剂的吸湿性。方法: 在25℃、相对湿度为25%条件下, 比较添加剂超微粉和粗粉的吸湿速度和吸湿百分率; 测定添加剂超微粉和粗粉的临界相对湿度; 以温度和相对湿度为研究因素, 以吸湿百分率为指标, 采用正交试验选择超微粉添加剂的适宜储存条件。结果: 添加剂超微粉的吸湿百分率明显高于粗粉。添加剂超微粉和粗粉的临界相对湿度分别为70%和78%。与敞口存放比较, 添加剂超微粉密封后吸湿百分率显著降低, 其适宜储存条件为10℃、相对湿度为75%以下。结论: 添加剂超微化会引起吸湿性变化, 加工制备和储存时要控制环境条件。

关键词: 超微粉添加剂; 吸湿性; 临界相对湿度; 正交试验; 储存条件

中图分类号: S816.7 **文献标志码:** A **文章编号:** 1673-0143(2013)01-0100-04

超微粉碎技术是利用各种特殊的粉碎设备, 对物料进行碾磨、冲击、剪切等, 将物料粉碎至粒径为10~25 μm以下的微细颗粒^[1]。植物药材超微粉碎后, 细胞破壁率可达到90%以上^[2]。超微粉中草药较传统中药散剂具有有效成分溶出率高、药物用量少、见效快、使用方便、节约中药资源等应用优势^[3]。

由于超微粉体表面积和孔隙率增加^[4], 吸湿性增强, 如果储存不当, 可能出现粉末的流动性下降、固结、润湿、液化等现象, 甚至发生霉变^[5]。

为防止超微粉在制备、分装、储存过程中吸潮, 笔者对抗鸡热应激中草药添加剂粗粉和超微粉的吸湿性进行了系列研究, 为添加剂超微粉加工制备和储存提供参考。

1 材料与方 法

1.1 抗鸡热应激中草药添加剂粗粉和超微粉

抗鸡热应激中草药添加剂由江汉大学动物营养免疫课题组提供, 由黄芪、甘草、夏枯草、芦根、生石膏、薄荷(购于武汉九州通医院)按一定比例混合成复方剂, 经粗粉粉碎机粉碎, 过80目筛, 制成粗粉, 再用超微粉球磨粉碎机制成粒径

小于10 μm的超微粉粉剂。

1.2 仪器与试剂

1.2.1 仪器 HSX-150恒温恒湿培养箱(上海申贤恒温设备厂), DHG9070A电热鼓风干燥箱(上海雷韵试验仪器制造有限公司), AUW220D电子天平(厦门智昊电子科技有限公司)。

1.2.2 主要试剂 (NH₄)₂SO₄、NH₄NO₃、NaCl、K₂CO₃、KNO₃、Na₂HPO₄、NaH₂PO₄、NaBr均为分析纯。

1.3 方 法

1.3.1 粗粉和超微粉的吸湿性测定 将底部盛有氯化钠过饱和水溶液(37 g NaCl/100 mL水)的玻璃干燥器放入恒温培养箱中25℃恒温24 h, 此时干燥器内相对湿度为75%, 将超微粉、粗粉样品置于干燥箱内至恒重, 分别精确称取5 g样品(M); 将样品置于恒重后的扁形称量瓶内, 盖好瓶盖, 准确称量总质量(M₁), 称量后将称量瓶(开盖)放入干燥器内置于恒温培养箱中, 25℃保存, 定时称量(M₂), 每种粉体平行做3份。按下列公式计算吸湿百分率^[6-7]:

$$\text{吸湿百分率} = ((M_2 - M_1) / M) \times 100\%$$

1.3.2 粗粉和超微粉的临界相对湿度测定 按前述方法, 将超微粉、粗粉样品分别置于盛有表1

收稿日期: 2012-12-10

基金项目: 武汉市科技攻关计划资助项目(201020622249)

作者简介: 孙齐英(1966—), 男, 副教授, 硕士, 研究方向: 动物营养。

所列的盐过饱和溶液的干燥器内,恒温培养箱中25℃保存96h,计算吸湿百分率。

以相对湿度为横坐标、吸湿百分率为纵坐标作图,在曲线两端做切线,切线的交点即为临界相对湿度(Critical Relative Humidity, CRH)^[8]。

表1 不同盐过饱和和水溶液的相对湿度(25℃)

饱和溶液	K ₂ CO ₃	NH ₄ NO ₃	NaCl	(NH ₄) ₂ SO ₄	KNO ₃
相对湿度/%	43	61	75	81	93

1.3.3 添加剂超微粉储存条件优选的正交试验
影响添加剂超微粉储存的主要因素是温度和湿度,平均气温选择实际储存时有代表性的3个水平(10、25、35℃),根据添加剂超微粉的临界相对湿度测定结果,相对湿度选择61%、75%、81%3个水平,试验选用L₉(3⁴)正交试验表。添加剂超微粉样品以中药密封袋密封和粉剂分别代表密封储存和敞开储存,以超微粉吸湿百分率为试验指标,对添加剂超微粉的两种不同储存方式(敞开储存和密封储存)分别作两次正交试验,比较敞开储存与密封储存的吸湿情况,同时对存储温度和湿度进行筛选,正交试验表的因素和水平见表2。

按前述方法测定9次试验的吸湿百分率,每次试验重复2次,重复采取随机区组设计。正交试验过饱和盐溶液的配制如表3。

表2 正交试验的因素水平

水平	因素	
	A 温度/℃	B 湿度/%
1	10	61
2	25	75
3	35	81

表3 正交试验过饱和盐溶液的配制

试验号	温度/℃	湿度/%	试剂	过饱和度/(g·100 mL ⁻¹)
1	10	61	NaBr	100
2	10	75	NaCl	37
3	10	81	(NH ₄) ₂ SO ₄	75
4	25	61	NH ₄ NO ₃	230
5	25	75	NaCl	37
6	25	81	(NH ₄) ₂ SO ₄	78
7	35	61	NaNO ₂	95
8	35	75	NaCl	37
9	35	81	(NH ₄) ₂ SO ₄	81

2 结果

2.1 粗粉与超微粉吸湿性变化情况

由表4可见,25℃、相对湿度为75%时,添加剂超微粉在72h接近平衡,96h达到平衡,粗粉在24h接近平衡,48h达到平衡,超微粉在96h达到吸湿平衡时,吸湿百分率比粗粉高151.90%。

表4 粗粉与超微粉吸湿率变化情况 /%

粉体类别	时间/h						
	4	8	16	24	48	72	96
添加剂粗粉	2.15	3.90	4.14	4.86	4.99	5.51	5.53
添加剂超微粉	3.34	7.55	9.62	10.10	11.60	13.90	13.93

注:温度25℃,相对湿度75%。

2.2 粗粉与超微粉临界相对湿度

由表5和图1可见,添加剂超微粉和粗粉的CRH分别为70%和78%,表明超微粉和粗粉在环境相对湿度超过70%和78%吸湿量会迅速增加。

表5 粗粉与超微粉在不同湿度下吸湿率(25℃) /%

粉体类别	相对湿度/%				
	43	61	75	81	93
添加剂粗粉	2.21	3.13	5.53	6.10	8.26
添加剂超微粉	5.56	7.28	13.93	13.99	14.86

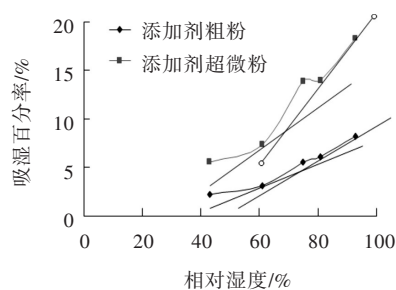


图1 添加剂粗粉和超微粉的吸湿平衡曲线(25℃)

2.3 正交试验结果

2.3.1 超微粉添加剂敞口系统和密封系统的吸湿性比较
从表6和表8可见,9种相同条件下的试验,敞口系统的吸湿性均高于密封系统,t检验表明,差异均有统计学意义(P<0.01)。其中35℃、75%条件下差异最大;其次是25℃、75%,10℃、61%,35℃、81%。说明超微粉应该密封保存,特别在高温高湿下更应该严格密封。

2.3.2 超微粉添加剂敞口系统吸湿率结果 从表6和表7可见,温度(A)与相对湿度(B)对粉体吸湿度有极显著($P < 0.01$)的影响,区组间差异无统计学意义($P > 0.05$),因为模型误差极显著,说明A与B存在交互作用。对交互作用的多重比较表明,35℃、81%,25℃、81%,35℃、75%吸湿率最高,与其他条件下的吸湿率差异有统计学意义($P < 0.01$);10℃、61%,25℃、61%,35℃、61%吸湿率最低,与其他条件下的吸湿率差异有统计学意义($P < 0.01$),表明超微粉敞口储存的适宜条件为10℃、61%,25℃、61%,35℃、61%。

表6 超微粉添加剂敞口储存 $L_9(3^4)$ 正交试验结果

试验号	因素		吸湿百分率/%		
	A	B	区组I	区组II	T_t
1	10	61	7.94	7.96	15.90
2	10	75	11.25	10.56	21.81
3	10	81	12.55	12.47	25.02
4	25	61	8.51	8.06	16.57
5	25	75	13.96	13.90	27.86
6	25	81	13.90	14.09	27.99
7	35	61	8.36	8.67	17.03
8	35	75	13.97	13.95	27.92
9	35	81	14.15	14.28	28.43
T_1	62.73	49.50			
T_2	72.42	77.59			
T_3	73.38	81.44			
均值 X_1	10.455	8.25			
均值 X_2	12.07	12.93			
均值 X_3	12.23	13.57			

表7 超微粉添加剂敞口储存的方差分析表

差异来源	SS	Df	MS	F	$F_{0.05}$	$F_{0.01}$
A	11.57	2	5.785	116.727	4.459	8.649
B	101.335	2	50.6675	1022.347	4.459	8.649
区组	0.0235	1	0.0235	0.4742	5.318	11.26
模型误差(e_1)	4.515	4	1.129	22.78	3.838	7.006
试验误差(e_2)	0.3965	8	0.04956			
总和	117.84	17				

2.3.3 超微粉添加剂密封系统吸湿率结果 从表8和表9可见,温度(A)对吸湿度影响极显著($P < 0.01$),湿度对吸湿度影响不显著($P > 0.05$),区组间差异无统计学意义($P > 0.05$)。误差项差异无统计学意义,说明A与B不存在交互作用。进一步进行A水平间进行多重比较, A_1 极显著低于 A_2 、 A_3 ($P < 0.01$),因此,超微粉添加剂

密封系统的适宜储存温度为10℃。考虑长时间的高湿添加剂超微粉仍然会吸湿,所以适宜的储存条件为10℃、相对湿度为75%以下。

表8 超微粉添加剂密封储存 $L_9(3^4)$ 正交试验结果

试验号	因素		吸湿百分率/%		
	A	B	区组I	区组II	T_t
1	10	61	1.84	1.89	3.73
2	10	75	1.92	1.94	3.86
3	10	81	2.03	2.11	4.14
4	25	61	3.47	3.20	6.67
5	25	75	3.78	3.76	7.74
6	25	81	4.30	4.29	8.59
7	35	61	5.94	5.86	11.80
8	35	75	5.97	5.98	11.95
9	35	81	6.23	6.17	12.40
T_1	11.73	22.20			
T_2	22.80	23.35			
T_3	36.15	25.13			
均值 X_1	1.955	3.70			
均值 X_2	3.80	3.892			
均值 X_3	6.025	4.188			

表9 超微粉添加剂密封储存的方差分析表

差异来源	SS	Df	MS	F	$F_{0.05}$	$F_{0.01}$
A	249.8391	2	124.9196	3.9877	4.459	8.649
B	0.7264	2	0.3632	0.0116	4.459	8.649
区组	0.0044	1	0.0044	0.0001	5.318	11.26
误差(e)	50.9488	12	4.2457	0.0010	4.747	9.33
总和	301.5187	17				

3 讨论

1) 超微粉由于粒度变小,表面积增大,增大了与环境水分子的有效接触面积,较粗粉增加了吸湿量,因此,添加剂超微粉在加工制作时,要求环境中暴露的时间不要过长,最好为4h。由于超微粉在各种气候条件下的吸湿性明显高于粗粉,所以在存放时,要求密封防潮,以保证产品质量。

2) 临界相对湿度是指引起平衡吸湿量发生突变时的空气相对湿度,当环境相对湿度大于临界相对湿度时,粉料吸湿迅速增加,故测定CRH对粉料稳定性研究十分重要^[9]。添加剂超微粉CRH为70%,所以添加剂超微粉在制备、分装时空气相对湿度应控制在70%以下。

3) 空气温度高,空气中水蒸气分压也增大,粉体吸湿性增强^[10],所以在研究添加剂超微粉的吸湿性时,考虑大气温度十分必要。本试验超微

粉密封包装在温度 10、25、35 ℃ 差异有统计学意义证实了这一点,这可能是因为虽然粉体已经密封储藏,但在环境温度和相对湿度较高的情况下,粉体的吸湿度仍然有所增强,必须进行更加严格的密封储藏。

参考文献:

- [1] 张愨,王亮.超微粉碎在食品加工中的研究进展[J].无锡轻工大学学报,2003,22(4):106-110.
- [2] 关天增,雷敬卫,郑艳丽.浅谈超微粉碎[J].中国中药杂志,2002,27(7):499-501.
- [3] 周希平,付夫根.中药超微粉在兽医临床的应用前景[J].中兽医学杂志,2011(2):53-54.
- [4] 李新民,马清河,刘占民.中兽药超微粉与存在问题探讨[J].中兽医医药杂志,2004(3):52-54.
- [5] 丁志平,乔延江.不同粒径黄连粉体的吸湿性实验研究[J].中国实验方剂学杂志,2004,10(3):5-7.
- [6] 李小燕.清瘟败毒胶囊的吸湿性研究及数据分析[J].时珍国医国药,2002,13(8):459-462.
- [7] 李铜铃,贾玉蓉,魏波.不同辅料对中药冲剂吸湿性的影响[J].华西药学杂志,1993,8(2):80-83.
- [8] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[M].北京:化学工业出版社,2000:250-251.
- [9] 曹春林,施顺清,范碧亭,等.中药药剂学[M].上海:上海科学技术出版社,1986:493.
- [10] 张兆旺.中药药剂学[M].北京:中国中医药出版社,2007:249.

Hydroscopicity of Ultrafine Powder Additive of Anti-heat Stress Herbs for Chicken

SUN Qi-ying

(School of Life Sciences, Jiangnan University, Wuhan 430056, Hubei, China)

Abstract: *Objective:* To research the hydroscopicity of ultrafine powder additive of anti-heat stress herbs for chicken. *Methods:* Made a comparison of the humidity absorption speed and rate between coarse powder and ultrafine powder additive; Critical relative humidity of coarse powder and ultrafine powder additive were determined; The storage conditions of ultrafine powder additive was optimized by orthogonal test with the temperature and humidity as factors using the humidity absorption percent as the index. *Results:* The humidity absorption percent in ultrafine powder additive was higher than that in the coarse powder. Critical relative humidity of ultrafine powder and coarse powder additive were 70% and 78% respectively. Compared with opening containing, the humidity absorption percent of ultrafine powder additive was significantly reduced after seal. The suitable storage conditions as follow: temperature 10 ℃, humidity below 75%. *Conclusion:* The hydroscopicity is changed after super-fine treatment, during the herbs processing, preparing and storing, it is quite necessary to control the environmental conditions.

Key words: ultrafine powder additive; hydroscopicity; critical relative humidity; orthogonal test; storage condition

(责任编辑:陈 旷)