

不同颗粒尺度菊花微粉的理化特性 及抗氧化活性比较

贾海蒙¹, 梅伊萌¹, 高长澳¹, 李永伟², 杨朝晖², 郭润芳^{1*}

(1. 河北农业大学食品科技学院, 河北保定 071000) (2. 河北省农产品质量安全中心, 河北石家庄 051000)

摘要: 该研究以北京菊为研究对象, 通过超微粉碎和筛分制备出不同颗粒尺度的菊花微粉, 并对其理化性质、营养成分和抗氧化活性进行了比较。结果显示, 四种颗粒尺度的菊花微粉平均粒径分别为 104.37、74.84、50.92 和 55.73 μm 。随着颗粒尺度的减小, 破碎度越大, M80~M300 的粉体分布越均匀, Zeta 电位绝对值越低; 但当颗粒尺度为 M400 时, 菊花微粉有团聚现象, 分布不均匀, 且在波数为 $2\ 364.5\ \text{cm}^{-1}$ 处出现新的官能团。M300 的膨胀势和持水力与 M200 的差异不显著, 比 M80 分别提高了 1.00 g/g 和 0.83 g/g; M400 的溶解度和持油力最大, 分别为 36.17% 和 1.55 g/g。可溶性蛋白、多糖、总黄酮、总酚、特征单酚、氨基酸含量以及抗氧化活性均随颗粒尺度减小而增加。M300 的总酚、木犀草苷含量比 M400 增加了 0.38 g/100 g 和 0.14 g/100 g ($P>0.05$); M300 的总黄酮含量、DPPH 自由基清除率比 M400 显著提高了 2.41 g/100 g 和 3.6% ($P<0.05$); M400 的多糖含量、必需氨基酸占比比 M300 显著提高了 2.88 g/100 g 和 1.47% ($P<0.05$)。结果表明, 超微粉碎显著改善了菊花粉体的结构、营养物质的释放以及功能特性, 而且 M300 的菊花微粉有更好的综合性能, 适合进一步深加工利用。

关键词: 北京菊; 超微粉碎; 理化性质; 营养成分; 抗氧化活性

文章编号: 1673-9078(2025)10-115-124

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2025.10.1073

Comparison of Physicochemical Properties and Antioxidant Activities of Chrysanthemum Micro-powders with Different Particle Sizes

JIA Haimeng¹, MEI Yimeng¹, GAO Chang'ao¹, LI Yongwei², YANG Zhaohui², GUO Runfang^{1*}

(1. College of Food Science and Technology, Hebei Agricultural University, Baoding 071000, China)

(2. Hebei Agricultural Product Quality and Safety Center, Shijiazhuang 051000, China)

Abstract: Beijing chrysanthemum was used to fabricate chrysanthemum micro-powders of different particle sizes via ultrafine grinding and sieving, and their physicochemical properties, nutritional components, and antioxidant activities were compared. The results indicated that the average particle sizes of the four chrysanthemum micro-powders with different particle sizes were 104.37, 74.84, 50.92, and 55.73 μm , respectively. As particle size decreased, the degree of fragmentation increased; the powder distribution of M80–M300 became more homogeneous, and the absolute value of the zeta potential decreased. However, when the particle size was M400, the chrysanthemum micro-powder underwent agglomeration and exhibited a non-homogenous distribution, with a new functional group appearing at wavenumber $2\ 364.5\ \text{cm}^{-1}$. Differences in the swelling potential and water-holding capacity between

引文格式:

贾海蒙,梅伊萌,高长澳,等.不同颗粒尺度菊花微粉的理化特性及抗氧化活性比较[J].现代食品科技,2025,41(10):115-124.

JIA Haimeng, MEI Yimeng, GAO Chang'ao, et al. Comparison of physicochemical properties and antioxidant activities of chrysanthemum micro-powders with different particle sizes [J]. Modern Food Science and Technology, 2025, 41(10): 115-124.

收稿日期: 2024-07-24 ; 修回日期: 2024-09-20 ; 接受日期: 2024-09-26

基金项目: 河北省现代农业产业技术体系建设专项资金 (HBCT2024200201 ; HBCT2024200204)

作者简介: 贾海蒙 (2000-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 农产品贮藏与加工, E-mail : j1694683418@163.com

通讯作者: 郭润芳 (1969-), 女, 博士, 教授, 研究方向: 农产品贮藏与加工, E-mail : runfangg@163.com

M300 and M200 were not significant, increasing by 1.00 and 0.83 g/g compared with those of M18, respectively. M400 showed the highest solubility and oil-holding capacity at 36.17% and 1.55 g/g, respectively. The contents of soluble proteins, polysaccharides, total flavonoids, total phenols, characteristic monophenols, and amino acids as well as the antioxidant activity increased with decreasing particle sizes. The total phenolic and luteoloside contents of M300 increased by 0.38 g/100 g and 0.14 g/100 g, respectively, compared with those of M400 ($P>0.05$); The total flavonoid content and DPPH free radical scavenging rate of M300 increased significantly by 2.41 g/100 g and 3.6%, respectively, compared to those of M400 ($P<0.05$). The polysaccharide content and essential amino acid ratio of M400 increased sharply by 2.88 g/100 g and 1.47%, respectively, compared with those of M300 ($P<0.05$). These results suggest that ultrafine grinding significantly improved the structure, nutrient release, and functional properties of chrysanthemum powders, and M300 may be suitable for further processing and utilization because of its higher overall performance.

Key words: Beijing chrysanthemum; ultrafine grinding; physicochemical property; nutritional component; antioxidant activity

菊花 (*Chrysanthemum morifolium*) 是菊科菊属多年生草本植物, 品种繁多, 是典型的药食同源植物。根据用途不同可将功能性菊花分为药用菊花、茶用菊花、食用菊花和观赏菊花^[1]。中国人自古以来就有“食菊”的传统, 据《神农本草经》中记载:“菊花, 久服利血气, 轻身耐老延年”^[2]。《本草纲目拾遗》也记载:“黄甘菊, 性平, 专入阳分, 治诸风头眩, 解酒毒疗肿”。可见, 菊花具有散风清热、平肝明目、清热解毒的作用。菊花富含蛋白质、多酚、黄酮、糖类、维生素、矿物质等营养活性成分, 具有抗菌抗炎、抗肿瘤、调节免疫等生物学功能, 对人体健康有益, 是一种具有天然保健功能的原料^[3]。

北京菊抗逆性强, 耐旱耐瘠薄, 花期较早, 产量高^[4], 在北方地区 9 月下旬即开始产新, 受霜冻影响小, 因此在北方各地争相种植。目前, 华北、西北、东北各省均有大规模的种植。随着北京菊种植面积的急剧增加, 市场价格波动较大, 如何进一步加工利用成为北京菊产业面临的最突出的难题。然而关于北京菊应用方面的研究报道极少, 2020 年, 刘引^[5]发现北京菊能极显著提高 H_2O_2 损伤的 L02 细胞的存活率, 对肝有一定的保护作用。市场上也有北京菊花茶、菊花酒等产品, 但无法替代杭白菊、贡菊、滁菊等知名菊花, 单一的产品形式极大限制了北京菊的可持续发展。

超微粉碎是一种新兴的粉碎技术, 常用于生产微、亚微米甚至纳米级 (100 μm ~1 nm) 的粉体。目前国内外已有薏米仁、三七花粉、黑枸杞粉、广佛手粉、青稞麸皮粉和枣粉等原料的超微粉碎产品问世^[6-11]。超微粉碎通过改善粉体理化性质、促进营养成分、生物活性成分的溶出, 进而提高其功能活性。刘战永等^[4]发现微粉比粗粉的黄酮、多酚、多糖及粗蛋白的溶出量高, 提高了菊花的营养价值。Wu 等^[7]研究三七花粉 M60~M400 时理化性质的变化, 发现 M60 的持水力、松密度、堆积密度最大, M400 时三七花粉的黄酮、

多酚、皂苷等活性成分含量最高, 溶解度、持油力最高, 抗氧化活性最强。可见, 微粉颗粒大小是影响微粉性质与物质释放溶出的重要因素, 目前对于菊花微粉颗粒大小的影响还缺乏深入研究, 这对于利用菊花微粉高效提取活性成分以及菊花风味健康食品的深度开发带来一定的挑战。因此, 本研究将分析不同颗粒尺度北京菊微粉的理化性质、营养成分、抗氧化活性的变化, 以期是北京菊微粉的有效利用和功能食品开发提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 实验材料与试剂

北京菊于 2023 年 9 月采摘于河北农业大学实验基地, 新鲜的花朵采集后带回实验室、清洗, 100 $^{\circ}\text{C}$ 蒸煮 2 min 杀青, 然后置于 60 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 5 h, 干燥保存备用。

17 种氨基酸混标, 上海安谱实验科技股份有限公司; 2,4,6-三吡啶基三嗪、没食子酸标准品, 上海源叶生物科技有限公司; 福林酚、芦丁标准品、2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐、麦克林试剂; 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼, 上海吉至生化科技有限公司; 其他试剂均为国产色谱纯或分析纯。

1.2 实验仪器与设备

DE-200 g 多功能粉碎机, 浙江红景天工贸有限公司; CN65639 全自动智能纳米粉碎机, 东莞海璐智能电器有限公司; Bettersize2600 激光粒度仪、电位分析仪, 丹东百特仪器有限公司; UV752N 紫外可见分光光度计, 上海佑科仪器仪表有限公司; Agilent 1260 高效液相色谱仪, 美国 Agilent 公司; FLAME-NIR 红外光谱仪, 美国海洋光学公司; Prisma E 环境扫描电镜, 北京欧波同光学技术有限公司。

1.3 菊花微粉制备

干燥的菊花在多功能粉碎机中以粉碎 1 min, 间歇 3 min 的方式粉碎四次, 得菊花粗粉。再将菊花粗粉投入全自动智能纳米粉碎机中以粉碎 1 min, 间歇 3 min 的方式粉碎四次, 得菊花微粉。将微粉依次分级过 80、200、300 和 400 目标筛得不同颗粒尺度的菊花微粉, 分别命名为 M80、M200、M300 和 M400(图 1)。四组微粉水分含量 (wt.%) 分别为 9.60%、10.23%、9.57%、8.03%。

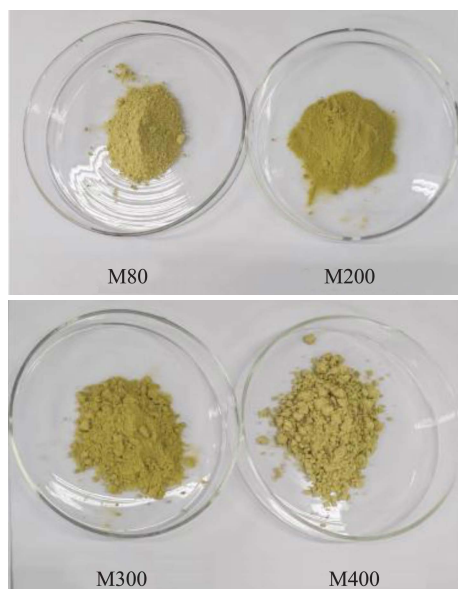


图 1 不同颗粒尺度的菊花微粉

Fig.1 Chrysanthemum powder with different particle sizes

1.4 菊花微粉理化性质的测定

1.4.1 粒径测定

参考夏晓霞等^[11]的方法, 采用 Bettersize 2600 激光粒度仪测定粉体的粒径及其分布, 即粒度分布的跨度 (Span) 和细胞壁破损率 (Φ)。Span 和 Φ 的计算公式如下:

$$S = \frac{D_{90} - D_{10}}{D_{50}} \quad (1)$$

$$\Phi = 1 - \left(1 - \frac{10}{D_{50}}\right)^3 \quad (2)$$

式中:

S—Span 跨度;

Φ —细胞壁破损率;

D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} —粉末的累计粒度分布百分比达到 10%、50%、90% 时所对应的粒径, μm 。

1.4.2 色差分析

参考刘东杰等^[9]的方法稍作修改, 用 CR-400 型色差仪测定。采用白板 ($L_0^*=85.27$, $a_0^*=0.67$,

$b_0^*=0.02$) 进行校准, 取适量菊花粉末于白色 A4 纸上压平, 用 CR-400 型色差仪测定 L^* 、 a^* 、 b^* 值。 L^* 表示粉体的亮度值, 数值越大, 粉体越亮; a^* 表示红绿值, 数值越大粉体越红; b^* 表示黄蓝值, 数值越大粉体越黄。

1.4.3 Zeta 电位测定

使用电位分析仪测定样品的 Zeta 电位。取适量样品于样品池中, 设定 120 s 温度平衡时间, 在 25 °C 室温下进行测定。

1.4.4 傅里叶红外光谱扫描 (FT-IR)

参照 Zhang 等^[12]的方法稍作修改, 分别取恒重后的不同颗粒尺度的菊花微粉 0.001 g 与 0.1 g KBr 混合后压片, 对样品进行红外光谱扫描。扫描条件: 以 KBr 为空白, 扫描 32 次, 扫描范围 4 000~400 cm^{-1} , 分辨率为 4 cm^{-1} 。

1.4.5 扫描电镜 (SEM)

取适量菊花微粉均匀分散在有导电胶带的样品载物台上, 除去浮粉, 喷金 100 s, 选用 30 kV 加速电压, 利用 Prisma E 观察其形貌。

1.4.6 水化特性的测定

膨胀势 (SP)、溶解度 (SB)、持水力 (WHC) 的测定参照刘东杰等^[9]的方法稍作修改, 准确称取 0.4 g 待测样品 (m_0) 于离心管中, 加入 20 mL 蒸馏水混合均匀, 60 °C 水浴振荡 30 min, 取出后 5 000 r/min 离心 15 min, 上清液移至烘箱 75 °C 烘干至恒重, 记录湿沉淀质量 (m_1), 烘干上清重 (m_2)。计算公式如下:

$$E_1 = \frac{m_1}{m_0 - m_2} \quad (3)$$

$$E_2 = \frac{m_2}{m_0} \times 100\% \quad (4)$$

$$E_3 = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \quad (5)$$

式中:

E_1 —膨胀势 (SP), g/g;

E_2 —溶解度 (SB), %;

E_3 —持水力 (WHC), g/g;

m_0 —待测样品质量, g;

m_1 —湿沉淀质量, g;

m_2 —烘干上清质量, g。

持油力 (OHC) 的测定参照冯晶晶等^[13]的方法稍作修改, 准确称取 0.5 g 待测样品 (m_1) 于 50 mL 离心管中, 加入 10 g 大豆油, 37 °C 振荡 1 h, 4 200 r/min 离心 15 min, 弃去上层大豆油, 称吸油后湿沉淀的质量 (m_2)。计算公式如下:

$$E_4 = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \quad (6)$$

式中:

E_4 ——持水力 (OHC), g/g;

m_1 ——待测样品质量, g;

m_2 ——湿沉淀质量, g。

1.5 营养成分及抗氧化活性的测定

样品溶液的制备: 称取 1 g 样品于锥形瓶中, 加入 20 mL 蒸馏水, 于 70 °C 水浴浸提 30 min, 取出后 8 000 r/min 离心 15 min, 取上清液备用。

1.5.1 可溶性蛋白 (PRO) 的测定

可溶性蛋白含量测定采用考马斯亮蓝法, 参照杨静华^[14]的方法进行测定。

1.5.2 多糖 (TS) 含量的测定

多糖测定参照 Yue 等^[15]的方法稍作修改, 取 2 mL 稀释后样品, 加 1 mL 5 wt.% 苯酚溶液, 混匀, 加 5 mL 浓硫酸, 混匀, 静置 30 min, 490 nm 处测吸光度 A , 以葡萄糖浓度为横坐标, 吸光值为纵坐标制作标准曲线, 得回归方程 $y=0.0128x+0.021$ ($R^2=0.997$)。根据吸光度值和标准曲线计算多糖的含量。

1.5.3 游离氨基酸的测定

以 2,4-二硝基氯苯为衍生剂, 参照刘欣等^[16]的方法稍作修改。

氨基酸衍生及测定: 取 100 μ L 样品溶液于离心管中, 向离心管中加入 200 μ L 缓冲液和 100 μ L 衍生剂, 在 90 °C 恒温水浴 90 min 进行衍生反应, 冷却至室温, 加入 50 μ L 10% (φ) 乙酸溶液, 加水定容至 1 mL, 混匀备用。衍生后过 0.45 μ m 有机膜, 上机检测。

色谱条件: 色谱柱 Symmetry C18 (4.6 $\times$ 250 nm, 5 μ m), 流动相为纯乙腈和质量浓度为 2.5 g/L 的乙酸钠, 流量 1 mL/min, 柱温 43 °C, 进样量 20 μ L, 检测波长 360 nm。

1.5.4 总酚 (TPC) 和总黄酮 (TFC) 的提取与测定

提取: 称取菊花粉 1 g 于离心管中, 加入 40 mL 60% (φ) 的乙醇溶液超声提取 30 min, 取出后 5 000 r/min 离心 15 min, 取上清液备用。

总酚含量的测定: 参照石恩慧等^[17]的方法稍作修改。配制质量浓度为 50 μ g/mL 的没食子酸标准溶液。分别取 1、2、3、4、5、6 mL 标准溶液于 25 mL 容量瓶中, 加入福林酚 2 mL, 混匀, 再加入 10 wt.% 的碳酸钠溶液 2 mL, 混匀后定容, 避光反应 90 min, 于 765 nm 处测吸光度, 以没食子酸质量浓度 (μ g/mL) 为横坐标, 吸光值为纵坐标制作标准曲线, 得回归方程

为 $y=0.0491x+0.0148$ ($R^2=0.9983$)。同样方法测定样品吸光度, 根据标准曲线计算样品中多酚含量。

总黄酮含量的测定: 参照付美玲等^[18]的方法进行测定。用 60% 乙醇 (φ) 配制质量浓度为 0.5 mg/mL 的芦丁标准溶液。分别取 1、2、3、4、5、6 mL 标准溶液于 25 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 5 wt.% 亚硝酸钠, 混匀, 静置 6 min, 加入 10 mL 4 wt.% 氢氧化钠溶液定容, 于 510 nm 处测吸光度, 以芦丁质量浓度 (μ g/mL) 为横坐标, 吸光值为纵坐标制作标准曲线, 得回归方程为 $y=0.0095x-0.0099$ ($R^2=0.9974$)。同样方法测定样品吸光度, 根据标准曲线计算样品中黄酮含量。

1.5.5 特征单酚的提取与测定

称取 0.25 g 不同粒径菊花微粉, 加入 60% (φ) 乙醇 25 mL, 密塞, 称重, 超声 30 min, 放冷, 称重, 用 60% 乙醇补足, 摇匀, 过 0.45 μ m 滤膜, 得供试品溶液。配置质量浓度为 200 μ g/mL 绿原酸 (CA)、100 μ g/mL 木犀草苷 (CYN) 和 400 μ g/mL 异绿原酸 A (ICA), 得混合标准溶液。取 1、2、4、5、6、8、10 mL 混标于 25 mL 容量瓶中, 用 60% 乙醇定容, 过 0.45 μ m 滤膜, 得待测混标。

色谱条件: 色谱柱 Symmetry C18 (4.6 $\times$ 250 nm, 5 μ m), 流动相为纯乙腈和 0.1% (φ) 磷酸, 流量 1 mL/min, 柱温 30 °C, 进样量 10 μ L, 检测波长 348 nm。

1.5.6 DPPH 自由基清除能力测定

参照李光辉等^[19]的方法稍作修改, 用无水乙醇配制质量浓度为 0.04 mg/mL 的 DPPH 溶液。取稀释后的样品 2 mL, 加入 2 mL DPPH 溶液, 混匀, 室温避光放置 30 min 后, 于 517 nm 处测吸光度 (A)。以无水乙醇代替 DPPH 溶液为空白 (A_1), 以蒸馏水代替样品为参比 (A_0)。计算公式如下:

$$D = \left(1 - \frac{A - A_1}{A_0}\right) \times 100\% \quad (7)$$

式中:

D ——DPPH 自由基清除率, %;

A ——样品吸光度值;

A_1 ——参比吸光度值;

A_0 ——空白吸光度值。

1.5.7 ABTS⁺自由基清除能力测定

参照李光辉等^[19]的方法稍作修改, 取稀释后的样品 1 mL, 加入 2 mL ABTS 溶液, 避光反应 10 min, 于波长 734 nm 处测定吸光度。以 PBS 代替 ABTS 溶液为空白 (A_1), 以蒸馏水代替样品为参比 (A_0)。计算公式如下:

$$B = \left(1 - \frac{A - A_1}{A_0}\right) \times 100\% \quad (8)$$

式中:
 B ——ABTS⁺ 自由基清除率, %;
 A ——样品吸光度值;
 A_1 ——参比吸光度值;
 A_0 ——空白吸光度值。

1.5.8 FRAP还原力测定

参照李光辉等^[19]的方法稍作修改, 取 100 μL 稀释后的样品, 加入 2.4 mL TPTZ 工作液、混匀, 37 $^{\circ}\text{C}$ 避光水浴 10 min, 于 593 nm 处测定吸光度。以 $\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制标准曲线, 回归方程为 $y=0.930\ 6x+0.016$ ($R^2=0.995\ 4$)。菊花微粉的 FRAP 还原力以 1 mmol $\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}/100\ \text{g}$ 为一个 FRAP 值。

1.6 数据处理

所有实验三次重复, 采用 SPSS 25.0 软件进行数据处理, 利用 ANOVA 进行方差分析, 数据以平均值 $\pm$ 标准偏差表示, 采用 Origin 2022 完成绘图。

2 结果与讨论

2.1 不同颗粒尺度菊花微粉的粒径分布、色差及Zeta电位分析

D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 分别代表粉末的累计粒度分布百分比达到 10%、50%、90% 时所对应的粒径。 D_{50} 为粒径的中值, 常表示粉体的平均粒径^[10,20]。Span 越小, 粉体越均一。四种颗粒尺度的菊花微粉粒径指标如表 1 所示, 在一定范围内 (M80~M300), 随颗粒尺度减小, Φ 增加, 粒径变小; M300 的菊花微粉 D_{50} 和 D_{90} 最低、 Φ 最大, 分别为 50.92 μm 、80.32 μm 和 0.48。然而, 与 M300 相比, M400 的 D_{50} 增加了 4.81 μm , D_{90} 显著增加了 233.12 μm ($P<0.05$), Span 也显著增加了 4.44 μm ($P<0.05$), Φ 无显著变化。夏晓霞等^[10]发现, $<30\ \mu\text{m}$ 的枣粉 Span 值比普通枣粉显著降低了 0.3, Φ 显著增加了 0.65。然而我们发现菊花

微粉 $<50\ \mu\text{m}$ 就会出现团聚现象, M400 的 D_{90} 、Span 显著高于其它组, 粒径分布在 40 和 310 μm 处呈双峰, 说明粉体不均匀, 颗粒有大有小。据报道, 团聚是制备微粉的难题, 出现微粉的原因通常是静电作用、分子间作用力或者含水量增加^[21], 而本研究中 M400 的含水量较低, 团聚可能主要是因为随着颗粒尺度进一步变小, 粉体因内部结构暴露, 分子间吸附性增强^[22], 另外, 微粉过程中摩擦也会造成静电吸附, 使得微粉团聚, 颗粒大小不均匀, D_{50} 、 D_{90} 、Span 升高^[21,23]。

菊花粉体的 L^* 随颗粒尺度变化先减后增, 当粒度为 M200 的 L^* 最小, 为 72.61。 a^* 和 b^* 随颗粒尺度减小均先增后减, 当颗粒尺度为 M200 时, a^* 最大, 为 -4.11; 当颗粒尺度为 M300 时, 粉体 b^* 与 M200 无显著差异, 但显著高于 M80 和 M400 ($P<0.05$) (表 1)。刘东杰等^[9]在研究广佛手粉的色度变化时也发现, 微粉 b^* 随粒径减小先增后减, 60 目的黄度最大, 为 23.48, 显著高于 20 目和超微粉碎 5、10 和 15 min 的微粉。结果说明适宜的微粉粒度会提高粉体的色泽。

Zeta 电位绝对值越高, 静电斥力越大, 体系越稳定。当电位值在 $\pm 40\sim\pm 60\ \text{mV}$ 时, 微粉的稳定性好; 当电位值在 $\pm 10\sim\pm 30\ \text{mV}$ 时, 微粉开始不稳定^[13]。如表 1 所示, 不同粒径的菊花微粉 Zeta 电位均在 -10 mV 到 -30 mV 之间, 说明四种颗粒均带负电荷, 体系均不太稳定。

2.2 不同颗粒尺度菊花微粉的红外光谱分析

不同颗粒尺度菊花微粉的红外光谱如图 2 所示, 各基团的出峰位置和振动位点如表 2 所示, 当颗粒尺度为 M80~M300 时, 三种颗粒尺度的红外光谱图趋势相似, 只是强度出现差异, 表明三种不同颗粒尺度菊花微粉的官能团无明显变化; 然而当颗粒尺度为 M400 时, 由于粉体粒径过小, 出现团聚现象, 在 $2\ 364.5\ \text{cm}^{-1}$ 处出现新的官能团, 可能是三键和累积双键伸缩振动的结果, 与团聚现象一致^[12,24,25]。

表 1 菊花微粉的粒径、色度和Zeta电位

Table1 Particle size index and Zeta of chrysanthemum micro-powder

样品 名称	粒径/ μm			Span	Φ	色差值			Zeta 电位
	D_{10}	D_{50}	D_{90}			L^*	a^*	b^*	
M80	37.03 $\pm$ 2.90 ^b	104.37 $\pm$ 6.66 ^a	175.05 $\pm$ 4.44 ^b	1.32 $\pm$ 0.06 ^b	0.26 $\pm$ 0.02 ^c	76.66 $\pm$ 0.59 ^b	-5.03 $\pm$ 0.03 ^c	36.14 $\pm$ 0.53 ^b	-18.05 $\pm$ 0.08 ^a
M200	45.72 $\pm$ 4.95 ^a	74.84 $\pm$ 5.56 ^b	112.43 $\pm$ 4.69 ^c	0.90 $\pm$ 0.20 ^b	0.35 $\pm$ 0.02 ^b	72.61 $\pm$ 0.98 ^c	-4.11 $\pm$ 0.06 ^a	39.62 $\pm$ 0.72 ^a	-18.17 $\pm$ 0.21 ^a
M300	32.08 $\pm$ 4.00 ^b	50.92 $\pm$ 4.95 ^c	80.32 $\pm$ 4.53 ^d	0.94 $\pm$ 0.08 ^b	0.48 $\pm$ 0.04 ^a	76.87 $\pm$ 0.89 ^b	-4.58 $\pm$ 0.05 ^b	39.99 $\pm$ 0.44 ^a	-15.48 $\pm$ 0.18 ^b
M400	15.41 $\pm$ 1.53 ^c	55.73 $\pm$ 5.34 ^c	313.44 $\pm$ 22.75 ^a	5.38 $\pm$ 0.61 ^a	0.45 $\pm$ 0.04 ^a	83.26 $\pm$ 0.14 ^a	-5.13 $\pm$ 0.01 ^c	35.41 $\pm$ 0.4 ^b	-18.60 $\pm$ 0.36 ^a

注: 同行不同小写字母表示差异显著 ($P<0.05$)。

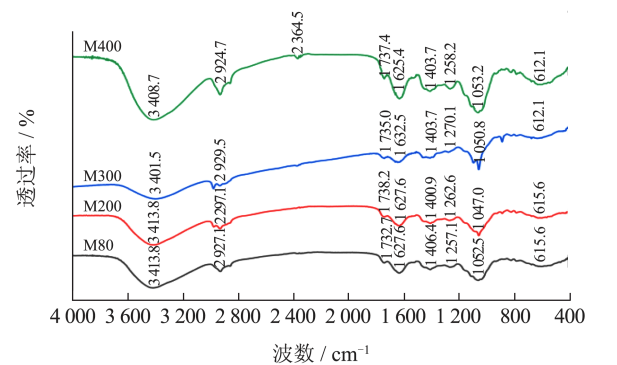


图 2 不同颗粒尺度菊花微粉的 FT-IR 光谱

Fig.2 FT-IR spectra of chrysanthemum micro-powder with different particle sizes

表 2 菊花微粉各基团出峰位置和振动位点

Table 2 Peak positions and vibration sites of various functional groups in chrysanthemum micro-powder

波数/cm ⁻¹	振动位点
3 408.7	羟基和氨基的振动吸收叠加
2 924.7	亚甲基的对称伸缩振动
1 750~1 500	酰胺和羰基振动区
1 737.4	羰基振动
1 625.4	羧基振动
1 500~1 200	蛋白质、脂肪酸和多糖的混合振动
1 403.7	C-H 面内弯曲振动
1 258.2	脂类的 C-O-C 的伸缩振动
1 200~1 000	C-O-H 的伸缩振动和 C-O-C 糖苷键振动
1 053.2	C-O 的伸缩振动
612.1	C-Br 伸缩振动

2.3 不同颗粒尺度菊花微粉的扫描电镜分析

不同颗粒尺度菊花微粉的 SEM 结果如图 3 所示，M200 和 M300 的菊花微粉颗粒更加均匀一致，而 M400 的微粉颗粒更小，但有团聚现象，可能是粉末表面产生了大量的极性基团，表面凝聚力增加，使粉末更容易吸附和结块^[8]。随破碎程度增加，菊花微粉表面由褶皱粗糙变得光滑，并伴有更多颗粒聚集在表面^[26,27]。

2.4 不同颗粒尺度菊花微粉的水化特性分析

如图 4 所示，当菊花微粉颗粒尺度为 M80~M300 范围内时，随颗粒尺度减小，膨胀势和持水力增加，持油力下降，溶解度无显著差异。当颗粒尺度为 M300 时，膨胀势和持水力比 M80 的分别提高了 1.00 g/g 和 0.83 g/g，与 M200 的差异不显著。持油力比 M80 降低了 0.29 g/g，与 M200 的差异不显著。然而当颗粒尺度为 M400 时，膨胀势和持水力显著低于其他颗粒尺度 ($P<0.05$)，分别为 8.59 g/g 和 4.47 g/g；溶解度和持油力显著高于其他颗粒尺度 ($P<0.05$)，分别为 36.17% 和 1.55 g/g。可能是因为随颗粒尺度减小，粉体比表面积增加，粉体与水接触面积增大，从而使粉体持水力、膨胀势增加；然而随颗粒进一步减小，粉体内部的多孔网状结构被破坏，使粉体对水的束缚能力减弱，进而使其持水力、膨胀势显著下降，而可溶性成分易于溶出，溶解度增加^[9]；粉碎会改变纤维素和半纤维素的构型，增强膳食纤维的多孔性和毛细作用，增强对油的束缚能力，表现出较高的持油力^[7,28]。

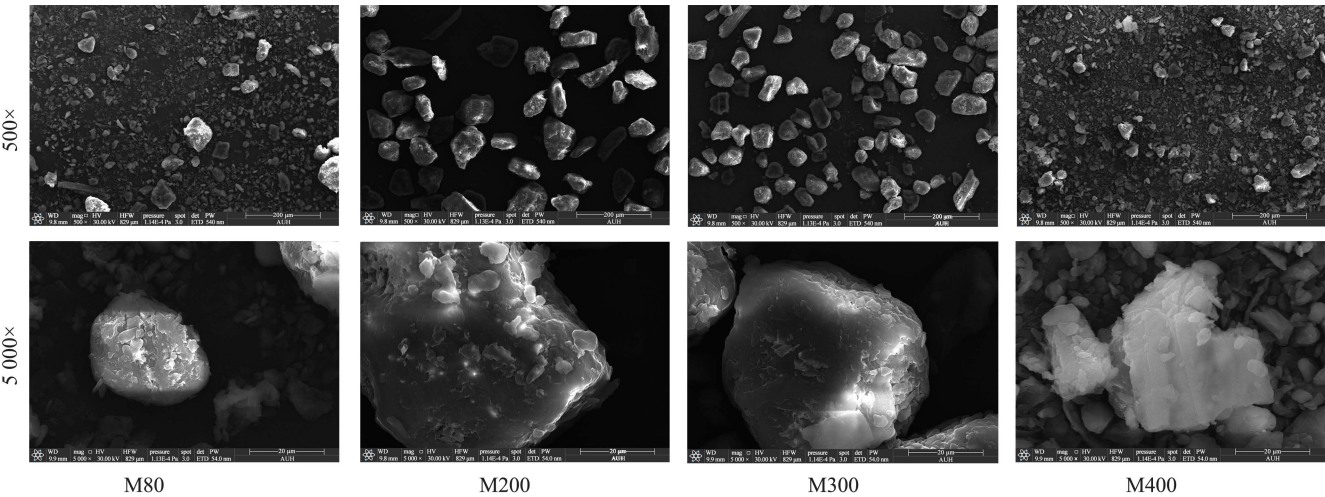


图 3 不同颗粒尺度菊花微粉的 SEM 图

Fig.3 SEM images of chrysanthemum micro-powder with different particle sizes

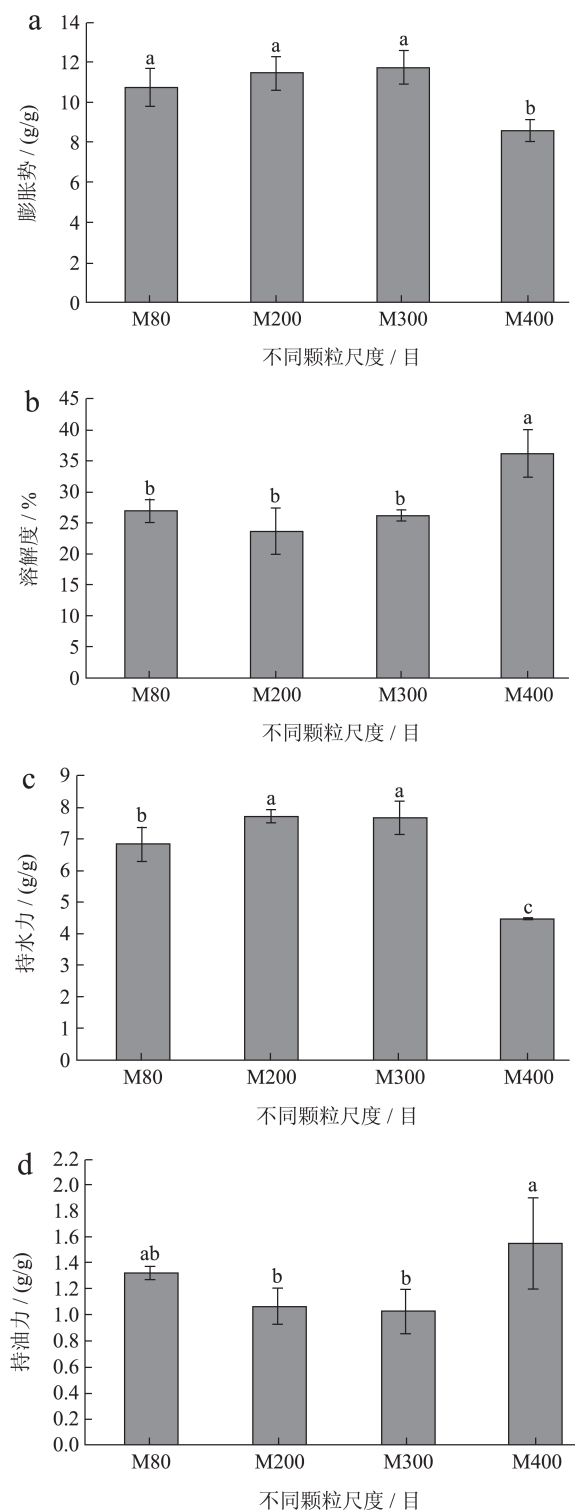


图4 不同颗粒尺度菊花微粉的水化特性

Fig.4 Hydration characteristics of chrysanthemum micro-powders with different particle sizes

注：同行不同小写字母表示差异显著 ($P < 0.05$)。表5同。

2.5 不同颗粒尺度菊花微粉的营养活性成分

表3显示了颗粒尺度对可溶性蛋白、多糖、总黄酮、总酚、特征单酚和氨基酸的溶出情况。与M80的粗粉相比,其它各尺度微粉的营养活性成分含量均显著提高($P < 0.05$)。当颗粒尺度为M400时,可溶性蛋白和多糖含量最高,分别为1.84 g/100 g和61.13 g/100 g,多糖含量比M300显著增加2.88 g/100 g。M300的总黄酮含量为11.79 g/100 g,与M200(11.87 g/100 g)无显著差异,但比M80和M400显著提高了1.83g/100 g和2.41 g/100 g ($P < 0.05$)。M300的总酚含量最高,比M80显著提高了1.4 g/100 g ($P < 0.05$),但与M200和M400的差异不显著;M300的绿原酸、木犀草苷、异绿原酸A含量比M80分别显著提高0.2 g/100 g、0.11 g/100 g和3.05 g/100 g,但与M200和M400的差异不显著。不同颗粒尺度微粉间氨基酸含量的变化趋势基本一致,其中,Asn、Glu、His、Ser、Pro、Cys、Lys、TAA、EAA和EAA/TAA(%)含量随颗粒尺度减小而增加。一般而言,随颗粒尺度减小,微粉的比表面积增大,与溶剂接触更加充分,有利于多糖、粗蛋白、氨基酸和酚类等营养物质的溶出^[4,29]。然而当颗粒太小,黄酮和多酚等活性物质在粉碎过程中易被氧化,结构受到破坏,也会造成黄酮类、酚类物质损失,含量下降。

2.6 不同颗粒尺度菊花微粉的抗氧化活性

采用DPPH清除率、ABTS⁺自由基清除率和FRAP还原力三种方法来评价菊花微粉的抗氧化活性^[30,31]。如图5所示,当颗粒尺度为M300时,DPPH自由基清除率、ABTS⁺自由基清除率和FRAP还原力最高,分别为71.90%、86.00%和13.37。然而当颗粒尺度为M400时,DPPH自由基清除率显著降低($P < 0.05$),ABTS⁺自由基清除率和FRAP还原力无显著变化。付美玲等^[18]也发现,山楂超微粉粒度在0.08~2 mm(200~10目)时,随颗粒尺度减小清除率先增后减,并且粒径为1 mm(18目)时,DPPH清除率、ABTS⁺自由基清除率和羟自由基清除率最大,分别为95.22%、99.60%和46.38%,当粒度为0.08时,抗氧化活性显著降低。因此,适当减小微粉颗粒大小会改善其抗氧化性能。

表 3 不同颗粒尺度菊花微粉的营养活性成分

Table 3 Content of active ingredients in different particle sizes of chrysanthemum micro-powders

营养活性成分	不同颗粒尺度的微粉/M			
	80	200	300	400
可溶性蛋白/(g/100 g)	1.31 ± 0.03 ^c	1.57 ± 0.12 ^b	1.70 ± 0.05 ^{ab}	1.84 ± 0.19 ^a
多糖/(g/100 g)	58.81 ± 1.03 ^b	59.84 ± 0.67 ^{ab}	58.25 ± 1.07 ^b	61.13 ± 1.24 ^a
总黄酮/(g/100 g)	9.96 ± 0.16 ^b	11.87 ± 0.30 ^a	11.79 ± 0.51 ^a	9.38 ± 0.35 ^b
总酚/(g/100 g)	3.65 ± 0.52 ^b	4.77 ± 0.11 ^a	5.05 ± 0.37 ^a	4.67 ± 0.22 ^a
绿原酸/(g/100 g)	2.54 ± 0.24 ^b	2.85 ± 0.08 ^a	2.74 ± 0.14 ^a	2.88 ± 0.04 ^a
木犀草苷/(g/100 g)	0.22 ± 0.03 ^b	0.33 ± 0.01 ^a	0.33 ± 0.03 ^a	0.29 ± 0.02 ^a
异绿原酸 A/(g/100 g)	4.32 ± 1.19 ^b	7.34 ± 0.26 ^a	7.37 ± 0.83 ^a	7.58 ± 0.64 ^a
游离 氨基酸 /(mg/g)	Asn	0.70 ± 0.09 ^b	0.88 ± 0.13 ^{ab}	1.00 ± 0.02 ^a
	Glu	1.02 ± 0.14 ^b	1.26 ± 0.14 ^{ab}	1.44 ± 0.03 ^a
	His	1.08 ± 0.06 ^b	0.94 ± 0.17 ^b	1.17 ± 0.16 ^{ab}
	Ser	1.90 ± 0.35 ^b	2.14 ± 0.40 ^b	2.56 ± 0.12 ^{ab}
	Arg	0.15 ± 0.02 ^a	0.16 ± 0.02 ^{ab}	0.12 ± 0.01 ^a
	Gly	0.09 ± 0.00 ^a	0.09 ± 0.04 ^a	0.09 ± 0.04 ^a
	Thr*	2.43 ± 0.44 ^b	2.71 ± 0.55 ^b	2.93 ± 0.31 ^b
	Pro	0.14 ± 0.02 ^b	0.17 ± 0.01 ^{ab}	0.19 ± 0.00 ^a
	Ala	7.55 ± 1.29 ^b	8.61 ± 0.65 ^b	9.06 ± 0.86 ^b
	Val*	0.09 ± 0.01 ^a	0.08 ± 0.03 ^a	0.09 ± 0.02 ^a
	Met*	0.07 ± 0.00 ^b	0.12 ± 0.03 ^a	0.07 ± 0.01 ^b
	Cys	0.65 ± 0.09 ^b	0.77 ± 0.07 ^{ab}	0.79 ± 0.06 ^{ab}
	Ile*	0.55 ± 0.12 ^a	0.68 ± 0.13 ^a	0.61 ± 0.25 ^a
	Leu*	0.39 ± 0.09 ^a	0.49 ± 0.10 ^a	0.46 ± 0.12 ^a
	Phe*	0.71 ± 0.16 ^a	0.85 ± 0.16 ^a	0.77 ± 0.25 ^a
	Lys*	0.13 ± 0.02 ^b	0.16 ± 0.01 ^b	0.32 ± 0.10 ^a
	Tyr	0.01 ± 0.00 ^a	0.15 ± 0.10 ^a	0.29 ± 0.22 ^a
	EAA	4.37 ± 0.84 ^a	5.09 ± 1.00 ^a	5.24 ± 1.05 ^a
	NEAA	13.28 ± 2.07 ^b	15.18 ± 1.71 ^b	16.71 ± 1.52 ^{ab}
	TAA	17.65 ± 2.91 ^b	20.27 ± 2.72 ^b	21.95 ± 2.57 ^{ab}
	EAA/TAA(%)	24.76 ± 0.29 ^c	25.11 ± 0.37 ^b	23.87 ± 0.41 ^d
	EAA/NEAA(%)	75.24 ± 0.41 ^b	74.89 ± 0.58 ^c	76.13 ± 0.69 ^a
				74.66 ± 0.40 ^d

注：同行不同小写字母表示差异显著（ $P<0.05$ ）；必需氨基酸用 * 表示。

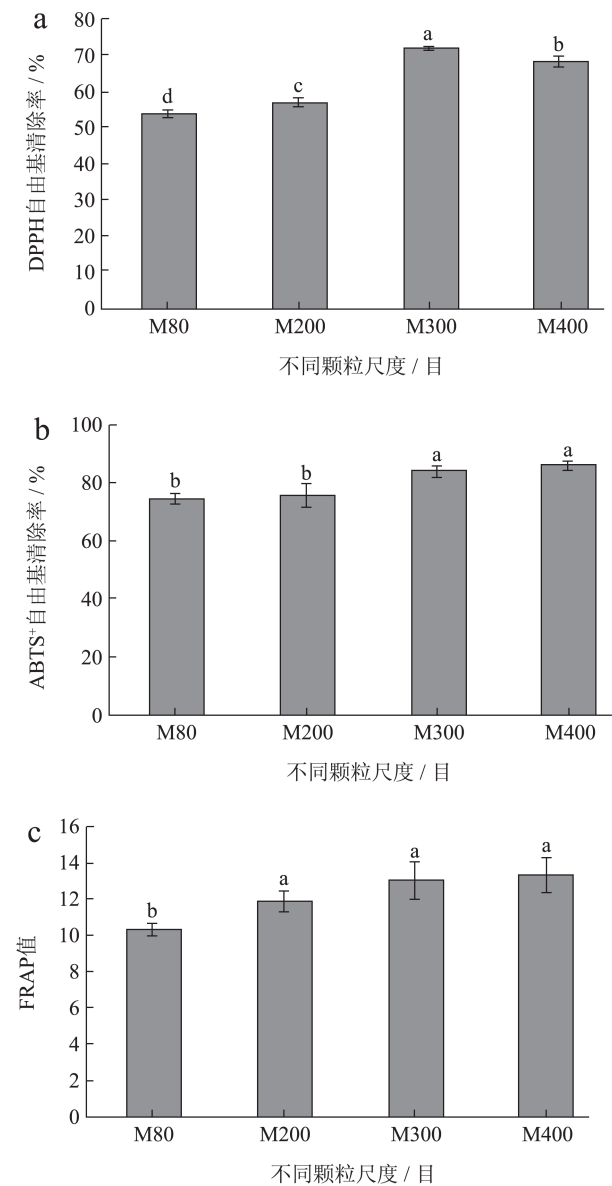


图 5 不同颗粒尺度菊花微粉的抗氧化活性
Fig.5 Antioxidant activities of chrysanthemum micro-powders with different particle sizes

2.7 不同颗粒尺度菊花微粉的理化性质与抗氧化活性的相关性分析

图 6 显示了菊花微粉理化性质、营养活性成分及抗氧化活性之间的相关性。可以看出菊花微粉的 Φ 与 D_{50} 呈显著负相关，与 Span 呈正相关，但不显著。 Φ 与总酚、异绿原酸 A、可溶性蛋白、总氨基酸、非必需氨基酸、DPPH 自由基清除率、ABTS⁺ 自由基清除率以及 FRAP 还原力呈极显著正相关 ($P<0.01$)，与木犀草苷、必需氨基酸含量呈显著正相关 ($P<0.05$)，与绿原酸和总黄酮含量呈正相关，但不显著 ($P>0.05$)。结果表明随颗粒尺度减小，其营养活性成分含量增加，抗氧化活性升高。此外，可溶性蛋白、氨基酸、总酚

和特征单酚含量与抗氧化活性呈显著正相关，说明菊花微粉因释放出更多的可溶性蛋白、氨基酸和酚类物质而展现出更强的抗氧化功能。

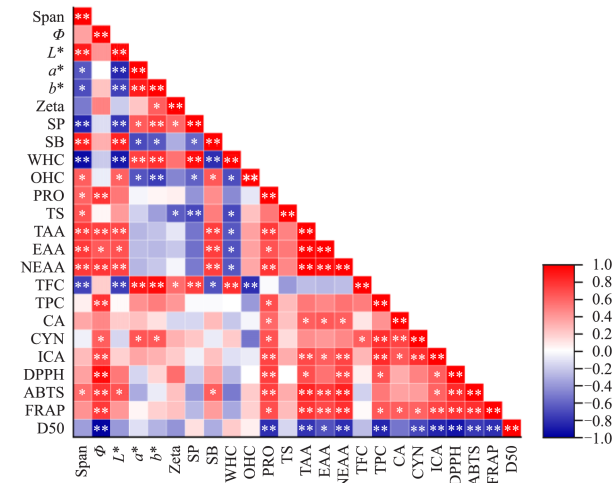


图 6 不同颗粒尺度菊花微粉的理化性质与抗氧化活性的相关性
Fig.6 Correlation of physicochemical properties and antioxidant activity of chrysanthemum micro-powder with different particle sizes

注: * 表示差异显著 ($P<0.05$); ** 表示差异极显著 ($P<0.01$)。

3 结论

颗粒尺度对菊花微粉的理化特性、营养物质的释放和抗氧化活性有较大影响。在 M80~M300 范围内的粉体表现为随着颗粒尺度的减小，粉体分布越均匀，但颗粒尺度为 M400 时，菊花微粉有团聚现象。M300 的膨胀势和持水力与 M200 的差异不显著，但显著高于 M400；M400 的溶解度和持油力最大。超微粉碎有助于营养物质的释放，M300~M400 的可溶性蛋白、多糖、总黄酮、总酚、特征单酚、氨基酸含量以及抗氧化活性均显著高于 M80 和 M200，但 M300 比 M400 表现出更好的总黄酮、总酚、木犀草苷溶出率和 DPPH 自由基清除率，因此适宜的颗粒尺度有利于营养物质的释放，微粉越小，越容易团聚，也影响菊花微粉的感官性能、加工与功能特性。综合考虑，M300 的菊花微粉具有相对较好的理化特性及抗氧化活性，可作为潜在的食品、保健品和化妆品等原辅料，具有广泛的应用前景。

参考文献

[1] 唐桂梅,李卫东,黄国林,等.功能性菊花资源分类及产品开发研究进展[J].中国果菜,2024,44(4):54-57.
[2] 李煜坤,谭雪,郑丽.中国食用菊花研究应用现状[J].农学报,2013,3(2):54-56,78.

- [3] 申慧. 黄山贡菊花叶茎中酚类物质的研究[D]. 合肥: 安徽农业大学, 2012.
- [4] 刘战永, 李凤英. 超微粉碎对菊花营养和功效成分的影响[J]. 河北科技师范学院学报, 2015, 29(1): 18-22.
- [5] 刘引. 不同菊花种质资源农艺性状、化学成分和药理作用比较研究[D]. 武汉: 湖北中医药大学, 2020.
- [6] ZHANG T, XIAO S Y, DING Z H, et al. Effects of superfine grinding on physicochemical properties and morphological structure of *Coix* seed powders [J]. Journal of Cereal Science, 2021, 102: 103361.
- [7] WU Z G, AMEER K, JIANG G H. Effects of superfine grinding on the physicochemical properties and antioxidant activities of sanchi (*Panax notoginseng*) flower powders [J]. Journal of Food Science and Technology, 2021, 58(1): 62-73.
- [8] ZHANG J T, DONG Y S, NISAR T, et al. Effect of superfine-grinding on the physicochemical and antioxidant properties of *Lycium ruthenicum* murray powders [J]. Powder Technology, 2020, 372: 68-75.
- [9] 刘东杰, 刘祎帆, 梁贵强, 等. 广佛手超微粉的制备及其理化性质分析[J]. 现代食品科技, 2023, 39(11): 160-167.
- [10] 赵萌萌, 党斌, 张文刚, 等. 超微粉碎对青稞麸皮粉微观结构及功能特性的影响[J]. 农业工程学报, 2020, 36(8): 278-286.
- [11] 夏晓霞, 寇福兵, 薛艾莲, 等. 超微粉碎对枣粉理化性质、功能特性及结构特征的影响[J]. 食品与发酵工业, 2022, 48(12): 37-45.
- [12] ZHANG Y K, ZHANG M L, GUO X Y, et al. Improving the adsorption characteristics and antioxidant activity of oat bran by superfine grinding [J]. Food Science & Nutrition, 2023, 11(1): 216-227.
- [13] 冯晶晶, 郭建峰, 马心茹, 等. 超微粉碎对沙棘茶粉颗粒结构及理化特性的影响[J]. 食品与发酵工业, 2023, 49(7): 198-204.
- [14] 杨静华. 考马斯亮蓝法测定苦荞麦中可溶性蛋白的含量[J]. 山西医药杂志, 2018, 47(2): 206-207.
- [15] YUE F, ZHANG J, XU J, et al. Effects of monosaccharide composition on quantitative analysis of total sugar content by phenol-sulfuric acid method [J]. Frontiers in Nutrition, 2022, 9: 963318.
- [16] 刘欣, 黄茹, 许永, 等. 高效液相色谱法分析干旱胁迫下烟草中游离氨基酸的含量变化[J]. 分析科学学报, 2023, 39(2): 219-224.
- [17] 石恩慧, 郭凯军, 李红, 等. 板栗总苞多酚提取工艺优化及其抗氧化性研究[J]. 动物营养学报, 2013, 25(2): 406-414.
- [18] 付美玲, 李丹丹, 修建华. 超微粉碎对山楂黄酮类化合物抗氧化活性的影响[J]. 食品研究与开发, 2022, 43(14): 118-124.
- [19] 李光辉, 王军, 高雪丽, 等. 花豇豆全粉超微粉碎对其物化特性和抗氧化性的影响[J]. 食品科技, 2019, 44(2): 99-103.
- [20] MENG Q R, FAN H R, CHEN F, et al. Preparation and characterization of *Dendrobium officinale* powders through superfine grinding [J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2018, 98(5): 1906-1913.
- [21] 纪守峰, 李桂春. 超细粉体团聚机理研究进展[J]. 中国矿业, 2006, 15(8): 54-56, 90.
- [22] 郝竞霄, 石福磊, 惠靖茹, 等. 普通粉碎与超微粉碎对茶树菇粉体加工物理特性的影响[J]. 食品与发酵工业, 2021, 47(3): 95-100.
- [23] ZHANG Z Q, CHEN S C, WANG Q L, et al. Effects of traditional grinding and superfine grinding technologies on the properties and volatile components of *Protaetia brevitarsis* larvae powder [J]. LWT, 2023, 173: 114307.
- [24] ZHAO X, ZHU H, CHEN J, et al. FTIR, XRD and SEM analysis of ginger powders with different size [J]. Journal of Food Processing and Preservation, 2015, 39(6): 2017-2026.
- [25] JIA X, LI L, TAN D, et al. Effect of superfine-grinding on the physicochemical and antioxidant properties of *Dendrobium nobile* powders [J]. Food Science and Technology, 2023, 43: e117322.
- [26] 李婧琳, 王媚, 史亚军, 等. 超微粉碎对白术饮片粉体学性质和溶出度的影响[J]. 华西药学杂志, 2019, 34(1): 22-26.
- [27] ZHAI X, YANG M, ZHANG J, et al. Feasibility of ultrasound-assisted extraction for accelerated cold brew coffee processing: characterization and comparison with conventional brewing methods [J]. Frontiers in Nutrition, 2022, 9: 849811.
- [28] 齐云飞, 张依瑶, 田景玉, 等. 红树莓酒渣结构、理化性质以及吸附性[J]. 食品科学, 2020, 41(13): 46-52.
- [29] 卫子颜, 谢勇, 王滕滕, 等. 超微粉碎对米糠多酚的组成及抗氧化活性的影响[J]. 食品与发酵工业, 2022, 48(14): 138-144.
- [30] LIANG Z W, GUAN Y H, LI R Y, et al. Bioactive components in *Panax notoginseng* and *Panax quinquefolium* leaves and their antioxidant, antihypertensive and anti-inflammatory capacities [J]. Industrial Crops and Products, 2024, 210: 118079.
- [31] SUN J, WANG N, WANG C Y, et al. Effects of superfine pulverization technology on the morphology, microstructure, and physicochemical properties of *Apium graveolens* L. root [J]. Microscopy Research and Technique, 2022, 85(7): 2455-2466.