

霍山石斛植株干品的防伪包装工艺

申请号：[201310123892.X](#)

申请日：2013-04-10

申请(专利权)人 [六安同济生生物科技有限公司](#)
地址 237000 安徽省六安市经三路与皋城东路交汇口科技局创新创业服务中心
发明(设计)人 [邓辉 余茂耘](#)
主分类号 [A61K36/8984\(2006.01\)I](#)
分类号 [A61K36/8984\(2006.01\)I](#)
公开(公告)号 103239631A
公开(公告)日 2013-08-14
专利代理机构 [安徽合肥华信知识产权代理有限公司](#) 34112
代理人 [余成俊](#)



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103239631 A

(43) 申请公布日 2013. 08. 14

(21) 申请号 201310123892. X

(22) 申请日 2013. 04. 10

(71) 申请人 六安同济生生物科技有限公司
地址 237000 安徽省六安市经三路与皋城东路交汇口科技局科技创业服务中心

(72) 发明人 邓辉 余茂耘

(74) 专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理有限公司 34112

代理人 余成俊

(51) Int. Cl.

A61K 36/8984 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

霍山石斛植株干品的防伪包装工艺

(57) 摘要

本发明涉及一种霍山石斛植株干品的防伪包装工艺,该方法包括采收编号、采集信息、捆扎固定、液氮速冻、微波加热冷冻真空干燥和真空硬包装等工艺步骤。以本发明方法加工包装后的霍山石斛植株,形态上不仅保持了霍山石斛的原始形态,同时还附加了该产品为新鲜植株时的各种信息,利于溯源鉴别,从而保证了产品的信度,同时该工艺采用液氮速冻和微波冷冻干燥的方法,最大限度保留了原料中的生理活性成分及营养物质,从而保证了产品的品质。

1. 一种霍山石斛植株干品的防伪包装工艺,其特征在于,具体包括以下步骤:

(1) 采收编号:在霍山石斛开花季节,选取长势健壮且生长时间为2-3年生的自然成丛的霍山石斛植株群,并对其编号标记;

(2) 信息采集:对选取的植株群表面的杂物进行简单处理后,对其进行信息采集:包括成丛植株的整体图像、花的特写图、采收日期、生长时间、栽培基地和鲜重,将采集的信息内容和加工后的成品一一对应;

(3) 捆扎固定:小心把植株的根部在超声仪中清洗干净,阴干表面的水分;将其用线攀扎固定到孔陶瓷片一侧,使每一丛植株群中所有的茎分布呈扇状,并处于一个平面内;

(4) 液氮速冻:将固定在陶瓷片上的成丛植株放入液氮中进行超低温冷冻处理,冷冻时间10-40秒;

(5) 真空冷冻干燥:将液氮速冻后的成丛植株,采用微波真空冷冻干燥机干燥,升华干燥阶段的温度为 $-45^{\circ}\text{C} \sim -50^{\circ}\text{C}$,干燥25-30小时后,进入解析干燥阶段,温度逐渐升温到 $50-70^{\circ}\text{C}$ 后,在保持3-5小时;

(6) 真空硬包装:脱水干燥完成后,取出霍山石斛迅速称重后,连同陶瓷片一起置入透明、硬质、厚壁的包装盒中进行真空包装。

2. 根据权利要求1所述的霍山石斛植株干品的防伪包装工艺,其特征在于:所述的自然成丛的霍山石斛植株群中至少有一株植株的根、茎、叶及花全部完整。

3. 根据权利要求1所述的霍山石斛植株干品的防伪包装工艺,其特征在于:步骤(3)所述的陶瓷片为上设有多个孔洞,便于捆扎固定霍山石斛植株。

霍山石斛植株干品的防伪包装工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及石斛的包装领域,特别是霍山石斛植株干品的防伪包装工艺。

背景技术

[0002] 霍山石斛(学名:Dendrobium huoshanense C. Z. Tang et S. J. Cheng),在国际上有“药界大熊猫”之称的野生霍山石斛,又名米斛,距今已有 200 多年的历史。原产于我国安徽霍山等地,是国家现代中药重大专项 200 多个濒危稀缺品种中首位保护品种。是药用石斛中的极品,也是霍山县独有的、拥有原产地地理标志的名贵中药材,历史上被誉为“中华九大仙草之首”、“健康软黄金”。《神农本草》、《本草纲目》均有记载。霍山石斛所含有的多糖能大幅度提高人体内 SOD (延缓衰老的主要物质),在增强免疫力、抗疲劳、延缓衰老和促进癌细胞凋亡等方面有明显作用,从而达到保健益寿的功效。

[0003] 霍山石斛以其历代史所推崇的药用价值和现存的稀有性,其价格远远高于其他药用石斛。市场上销售的药用石斛干品基本为烘干成螺旋状的“枫斗”,由于霍山石斛的干品从形态上难以与其他相似种加工成的“枫斗”进行区别,同时,利用化学成分检测干品(总多糖含量和总生物碱含量)也不可采信,进一步采用 DNA 分子标记指纹图谱也存在干品提取基因组难度大,技术高的问题,如何简单、直观、有效的鉴别霍山石斛干品是一个亟待解决的问题。

[0004] 专利号为 CN 102266492 A9 公开了一种霍山石斛植株干品的加工方法,本方法存在不足点:1. 霍山石斛植株不是软的,模具显然不适合不同形态大小的植株个体,硬性的固定会损伤植株;同时霍山石斛植株在 -80°C 的初始冷冻过程中,由于包裹在其外的模具减缓了冷冻速度,瞬间冷冻固定细胞的效果较差,再有,干燥后的霍山石斛植株从模具中取出也必然会出现部分折断,所以模具固定植株不可取。2. 霍山石斛植株在模具中经过重排固定后,不是所有植株都存在完全形态(根、茎、叶、花具备),因为有些品种在形态上和霍山石斛极其相似,如河南石斛 *Dendrobium henanense* 在外形上甚至花型上都完全相似,只在花的唇瓣上的斑点颜色不同,霍山石斛为黄绿色,而河南石斛为紫色。所以仍然存在以假乱真的可能,难以达到发明的防伪目的。

发明内容

[0005] 为了克服现有技术的不足,本发明提供了一种霍山石斛植株干品的防伪包装工艺,以本发明方法加工包装后的霍山石斛植株,形态上不仅保持了霍山石斛的原始形态,还附加了该产品为新鲜植株时的各种信息,利于溯源鉴别,从而保证了产品的信度,同时该工艺采用液氮速冻瞬间固定细胞和利用微波加热冷冻真空干燥仪分两阶段干燥植株的方法,既最大限度的保留了原料中的生理活性成分,又模拟了传统的炮制工艺,从而更有效的保证了产品的传统品质。

[0006] 本发明采用的技术方案如下:

[0007] 一种霍山石斛植株干品的防伪包装工艺,其特征在于,具体包括以下步骤:

[0008] (1) 采收编号 :在霍山石斛开花季节,选取长势健壮且生长时间为 2-3 年生的自然成丛的霍山石斛植株群,并对其编号标记 ;

[0009] (2) 信息采集 :对选取的植株群表面的杂物进行简单处理后,对其进行信息采集 :包括成丛植株的整体图像、花的特写图、采收日期、生长时间、栽培基地和鲜重,将采集的信息内容和加工后的成品一一对应 ;

[0010] (3) 捆扎固定 :小心把植株的根部在超声仪中清洗干净,阴干表面的水分 ;将其用线攀扎固定到孔陶瓷片一侧,使每一丛植株群中所有的茎分布呈扇状,并处于一个平面内 ;

[0011] (4) 液氮速冻 :将固定在陶瓷片上的成丛植株放入液氮中进行超低温冷冻处理,冷冻时间 10-40 秒 ;

[0012] (5) 真空冷冻干燥 :将液氮速冻后的成丛植株,采用微波真空冷冻干燥机干燥,升华干燥阶段的温度为 $-45^{\circ}\text{C} \sim -50^{\circ}\text{C}$,干燥 25-30 小时后,进入解析干燥阶段,温度逐渐升温到 $50-70^{\circ}\text{C}$ 后,在保持 3-5 小时 ;

[0013] (6) 真空硬包装 :脱水干燥完成后,取出霍山石斛迅速称重后,连同陶瓷片一起置入透明、硬质、厚壁的包装盒中进行真空包装。

[0014] 所述的霍山石斛植株干品的防伪包装工艺,其特征在于 :所述的自然成丛的霍山石斛植株群中至少有一株植株的根、茎、叶及花全部完整。

[0015] 所述的霍山石斛植株干品的防伪包装工艺,其特征在于 :步骤(3)所述的陶瓷片为上设有多个孔洞,便于捆扎固定霍山石斛植株。微波真空冷冻干燥操作如下 :首先开启真空泵,使真空度逐渐降低,同时提高微波强度,当温度升到 $-45^{\circ}\text{C} \sim -50^{\circ}\text{C}$ 时进入升华干燥阶段,维持 25-30 小时 ;进入解析干燥阶段,再使温度逐渐升高到 $50-70^{\circ}\text{C}$ 时,维持 3-5 小时后停机,整个过程气压保持在 10-20Pa。

[0016] 脱水干燥完成后,霍山石斛连同陶瓷片一起置入透明、硬质、厚壁的包装盒中进行真空硬包装,这样干燥后的霍山石斛不仅保质效果好、产品外观明晰,而且不会出现真空软包装(使用包装袋)所带来的产品变形、破碎。

[0017] 本发明的创新之处 :

[0018] 1. 信息采集 :采收的原料为自然成丛的霍山石斛株群,且其中至少有一植株正处于花朵绽放状态,对株群表面初步除杂后,进行信息采集,包括植株全貌图、花的特写图、采收日期、栽培基地、生长日期和鲜重,信息和产品一一对应,这样最后的产品可以溯源,加工过程不能随意添加或减少植株数量和形态,能有效避免伪品掺假现象的发生。

[0019] 2. 液氮冷冻 :为了最大程度的保持植株细胞的原有状态,霍山石斛株群用棉线系扎在陶瓷板一侧成扇形分布后,在液氮中浸泡 10-30 秒以上,这是目前最有效的速冻定型方法,此方法基本不会破坏细胞形态,防止胞内物质流失,此过程中陶瓷板不会碎裂且能借助自身重量使霍山石斛株群完全浸末在液氮中。

[0020] 3. 两阶段冷冻干燥 :该过程采用微波冷冻真空干燥仪,增强了干燥的速度和稳定性,干燥分升华干燥阶段和解析干燥阶段,整个干燥过程气压维持在 10-20Pa 以下。前一阶段在 $-45-50^{\circ}\text{C}$ 进行,原料在共晶点温度下升华干燥,维持 25-30 小时后,原料中的游离态结晶水基本脱尽,然后进入解析干燥阶段,此阶段温度逐渐升温到 $50-70^{\circ}\text{C}$,维持 3-5 小时,这时原料中的结合态水也会失去绝大部分,同时该阶段能有效的模拟传统的炮进一制

工艺,在加热过程中改变霍山石斛的凉性为温性,更加适合脾胃虚寒者服用。进一步的多糖检测表明,本发明方法生产的干品由于采用了两阶段干燥办法,既使部分大分子多糖降解,生成较多的分子量为 100KD-300KD 生理活性多糖,又不会降解过度,产生过多分子量小于 100KD 的多糖和单糖混合物,不但最大限度的保留了其原的生理活性成分,即 100KD-300KD 多糖,而且还提升了其含量。

[0021] 4. 真空硬包装:脱水干燥完成后,霍山石斛连同陶瓷片一起置入透明、硬质、厚壁的包装盒的卡槽固定后进行真空硬包装,这样干燥后的霍山石斛不仅保质效果好、产品外观明晰,而且不会出现真空软包装(使用包装袋)所带来的产品变形、破碎。

具体实施方式

[0022] 下面将通过实例对本发明作进一步的描述,这些描述并不是要对本发明内容作出限定。本领域的技术人员对本发明内容的技术特征所作的等同替换,或相应的改进,仍属于本发明的保护范围之内。

[0023] 实施例

[0024] 1. 霍山石斛防伪加工和包装工艺

[0025] (1) 采收编号:在霍山石斛开花季节,选取长势健壮且生长时间为 2-3 年生的霍山石斛的自然成丛植株群 100 丛,要求每丛至少其中一株的根、茎、叶、花(花朵绽放)完备;并对其编号,悬挂标牌标记;

[0026] (2) 信息采集:简单处理植株表面杂物后,对其进行信息采集:包括成丛植株的整体图像(前后两面)、花的特写图、采收日期、生长时间、栽培基地和鲜重。

[0027] (3) 捆扎固定:小心把植株的根部在超声仪中清洗干净,阴处沥去表面的水分;将其用棉(丝)线攀扎固定到具孔陶瓷片一侧,使一丛霍山石斛中所有的茎呈扇型分布,基本处于一个平面内。

[0028] (4) 液氮速冻:将固定在陶瓷片上的成丛植株放入液氮内速冻 15 秒,进行超低温(-196℃)冷冻处理;

[0029] (5) 真空冷冻干燥:将速冻后的霍山石斛植株,采用微波加热的真空冷冻干燥机干燥,干燥分升华干燥阶段和解析干燥阶段,升华干燥阶段的温度为 -50℃,维持 30 小时后,进入解析干燥阶段,温度逐渐升温到 60℃后,维持 3 小时;

[0030] (6) 真空硬包装:脱水干燥完成后,取出霍山石斛迅速称干重后,连同陶瓷片一起置入透明、硬质、厚壁的包装盒的卡槽中进行真空包装。

[0031] 对比实施例

[0032] 霍山石斛(龙头凤尾型)传统炮制工艺

[0033] ①整理:鲜霍山石斛原料留短根、去花序梗,叶片并剥去叶鞘,清洗后晾干。

[0034] ②烘焙:架在钢丝网上,炭火烘焙,除去水分并软化,以便于卷曲,软化过程中,尽可能除去残留叶鞘。

[0035] ③卷曲:烤至枝条柔软时,用双手的大拇指、食指、中指夹住茎的两端,缓缓用力扭曲,边扭边烤,待绕成环,用手指压成螺旋形圆柱状,再用龙须草固定,等茎条部分失水收缩后,散开龙须草,重新捆紧,继续烘烤,如此三次,直至不能再收紧。

[0036] ④复烘:蜷曲定型的产品继续在足火上烘烤至恒重,干燥中应避免枯焦,最终产品

应成金黄色。

[0037] 2. 多糖含量测定

[0038] 比较因素：因为霍山石斛为粘多糖类石斛，多糖为其主要药效成分，同时，100KD-300KD 的多糖一般是具有生理活性功能的多糖，所以本发明对传统工艺炮制的霍山石斛枫斗(干品 1)和本发明方法加工的霍山石斛干品(干品 2)中总多糖含量和不同分子量的多糖占总多糖的百分比含量进行比较。

[0039] 选取材料：因为多糖在主要积累在霍山石斛的茎中，所以选取茎段为考察和取样部位，从而避免叶和根的干扰。同时选取材料都为 2 年生霍山石斛植株加工成的干品。

[0040] 提取方法：

[0041] 1)脱脂：将干品 1 或干品 2 取 50g 粉碎后过 40 目筛，加入 500mL 石油醚索氏回流脱脂 1h；

[0042] 2)水提：脱脂产物烘干成干粉，按质量分数，取 5 份干粉浸泡于 100 份的蒸馏水中，100℃水浴提取 4 小时，提取三次，合并提取液，真空浓缩(温度≤60℃)至体积为 10mL；

[0043] 3)去蛋白：加入氯仿和正丁醇的混和溶液(体积比为 4:1)充分混匀后静置分层，分离有机相去除蛋白；

[0044] 4)醇沉：然后再向水溶液中加入 4 倍体积的 95% 食用乙醇，在 4℃中静置 24h 沉淀多糖；将乙醇沉淀物抽滤后得到粗多糖，并用 70% 的食用乙醇液进行洗涤；

[0045] 5)烘干：将洗涤后的粗多糖在 50℃烘干至恒重，然后粉碎，即获得石斛粗多糖 3.6 (霍斗)或 3.8g (冻干品)。

[0046] 检测仪器和方法：利用高效液相色谱仪和视差折光检测器分离、检测多糖分子量 [高效色谱仪，视差折光检测器(日本 shodex RI SE-51)，体积排阻色谱柱(Bio-Gel TSK-50, 6.5×300mm)，对照：标准多糖(T-葡聚糖系列，Pharmacia)和葡萄糖，流动相：0.2mol/L 磷酸盐缓冲液(pH6.0)]，同时利用苯酚-硫酸法测定还原性糖含量。

[0047] 检测结果：从小分子单糖、寡糖到 300KD 以上的大分子多糖在提取物中都存在。其中霍斗多糖提取物中，分子量为 300KD 以上的多糖占总糖的 19%，300KD-200KD 的多糖质量占总糖的 30%，200KD -100KD 的多糖质量占总糖的 48%，小于 100KD 的多糖和单糖混合物占 8%；而冻干霍斛多糖提取物中，分子量为 300KD 以上的多糖占总糖的 20%，300KD-200KD 的多糖质量占总糖的 31%，200KD -100KD 的多糖质量占总糖的 46%，小于 100KD 的多糖和单糖混合物占 3%。

[0048] 表 1 两种方法加工的霍山石斛干品中多糖成分比对

[0049]

方法	得率 (%)	总糖含量 (%)	300KD 以上多糖含量 (%)	300KD-200KD 多糖含量 (%)	200KD-100KD 多糖含量 (%)	小于 100KD 的多糖和单糖混合物含量 (%)
鲜品	/	/	32	28	39	1
本发明干品 2	7.2	42	20	31	46	3
传统干品 1	7.2	40	19	30	43	8

[0050] 注 :1. 鲜品为对照 :其多糖提取方法是把水提步骤提前,其他步骤相同。

[0051] 2. 得率 :为粗多糖占原料的百分含量 ;

[0052] 3. 总糖含量 :为粗多糖经酸解后,其中还原性糖的含量占粗多糖质量的百分含量。

[0053] 通过对比可知 :本发明方法生产的霍山石斛干品 2、传统方法生产的霍山石斛干品 1 和鲜品中多糖成分相比(详见表 1) :

[0054] 1. 干品的粗多糖得率基本不变。

[0055] 2. 本发明方法生产的干品比传统方法生产的干品的总糖含量略有提高,可能原因是传统的烘烤办法使霍山石斛中还原性糖和蛋白发生梅拉德等反应,使其还原性糖的含量降低。

[0056] 3. 具有生理活性的多糖(分子量 100KD-300KD)的含量略有提高,由 73%(30%+43%)上升到 77% (31%+46%),可能的原因是传统的烘烤办法使霍山石斛中的多糖在加工过程中,部分酶解为更小分子量的多糖。鲜品中 300KD 以上多糖含量(%) 含量最高,很好的验证了这一观点。本发明方法生产的干品由于采用了两阶段干燥办法,既使部分大分子多糖降解,生成较多的分子量为 100KD-300KD 多糖,又不会降解过度,产生过多分子量小于 100KD 的多糖和单糖混合物,不但最大限度的保留了其原料中的生理活性成分,即 100KD-300KD 多糖,而且还提升了其含量。