

柑橘-红茶咀嚼片的研制及其体外模拟消化中酚类化合物稳定性和抗氧化能力的评价

邱顺姣^{1,2}, 王未名¹, 林东艺^{1*}, 卢 龙²

[1. 福建农林大学安溪茶学院(数字经济学院), 泉州 362400; 2. 福建农林大学农学院, 福州 350000]

摘 要: **目的** 研制柑橘-红茶咀嚼片并探究体外模拟消化前后酚类化合物的稳定性和抗氧化活性。**方法** 以柑橘、红茶粉作为材料, 采用单因素实验得出柑橘-红茶咀嚼片的最佳配比, 随后进行体外模拟消化即模拟口腔、胃、肠消化, 对消化前后的总酚、总黄酮以及 1,1-二苯基-2-苦基肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH)自由基、2,2'-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐[2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) ammonium salt, ABTS]阳离子自由基清除能力、还原力进行研究。**结果** 柑橘-红茶咀嚼片最佳配比为: 茶柑混合物 25%、麦芽糊精 40.6%、赤藓糖醇 33.3%、硬脂酸镁 1.1%。该条件下制备的柑橘-红茶咀嚼片感官评分、硬度、脆碎度和崩解度分别为(83.3000±0.7149)分、(38.6667±0.5774) N、(7.2000±0.0000) min 和(25.7367±0.5326) min。在体外模拟消化后总酚含量整体上逐渐减小, 总黄酮含量呈现先减少后增加的趋势; DPPH 自由基清除力在模拟胃消化 60 min 时达到最大值, 相较于未消化增加 0.32 倍; ABTS 阳离子自由基清除率经模拟肠消化 120 min 时相较于未消化增大 1.16 倍; 还原力通过模拟胃消化 120 min, 比未消化时增加 0.30 倍。**结论** 柑橘-红茶咀嚼片最佳配比所制成品进行模拟消化时, 具有良好的抗氧化能力, 有利于促进各类自由基清除力的增加, 本研究可为柑橘红茶系列产品提供参考。

关键词: 柑橘-红茶咀嚼片; 模拟消化; 总酚; 总黄酮; 抗氧化活性

Development of *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets and evaluation of the stability and antioxidant capacity of phenolic compounds in simulated digestion *in vitro*

QIU Shun-Jiao^{1,2}, WANG Wei-Ming¹, LIN Dong-Yi^{1*}, LU Long²

[1. Anxi College of Tea Science (College of Digital Economy), Fujian Agriculture and Forestry University, Quanzhou 362400, China; 2. College of Agricultural, Fujian Agriculture and Forestry University, Fuzhou 350000, China]

基金项目: 福建农林大学科技创新专项基金项目(CXZX2020127B)、农业农村部资助项目福建省安溪现代农业产业园建设项目(KMD18003A)、福建农林大学茶产业链科技创新与服务体系项目(K1520011A07)、福建农林大学安溪茶学院高层次人才专项经费项目(11899211002)、福建农林大学安溪茶学院发展基金会项目(K1523010B)

Fund: Supported by the Fujian Agriculture and Forestry University Science and Technology Innovation Special Fund Project (CXZX2020127B), the Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Fujian Anxi County Modern Agricultural Industrial Park Construction (KMD18003A), the Fujian Agriculture and Forestry University Tea Industry Chain Science and Technology Innovation and Service System Project (K1520011A07), the Fujian Agriculture and Forestry University Anxi Tea College High-level Talents Special Funds (11899211002), and the Fujian Agriculture and Forestry University Anxi Tea College Development Foundation (K1523010B)

***通信作者:** 林东艺, 讲师, 主要研究方向为茶叶深加工与资源综合利用。E-mail: 492923780@qq.com

***Corresponding author:** LIN Dong-Yi, Lecturer, Anxi College of Tea Science (College of Digital Economy), Fujian Agriculture and Forestry University, Quanzhou 362400, China. E-mail: 492923780@qq.com

ABSTRACT: Objective To develop *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets and investigate the stability and antioxidant activity of phenolic compounds before and after *in vitro* simulated digestion. **Methods** With *Citrus reticulata* Blanco and black tea powder as materials, the optimal ratio of *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets was obtained by single factor experiment, and then *in vitro* simulated digestion was carried out to simulate oral, gastric and intestinal digestion. The total phenols, total flavonoids, 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH) radical, 2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) ammonium salt (ABTS) cation radical scavenging ability and reducing power before and after digestion were studied. **Results** The optimum ratio of *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets was 25% of tea and citrus mixture, 40.6% of maltodextrin, 33.3% of erythritol and 1.1% of magnesium stearate. The sensory score, hardness, friability and disintegration of *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets prepared under these conditions were (83.3000±0.7149) points, (38.6667±0.5774) N, (7.2000±0.0000) min and (25.7367±0.5326) min, respectively. After *in vitro* simulated digestion, the total phenols content gradually decreased overall, and the total flavonoids content showed a trend of first decreasing and then increasing. The content of total phenolics and total flavonoids decreased gradually after simulated digestion *in vitro*. DPPH free radical scavenging capacity reached the maximum at 60 min of simulated gastric digestion, which was 0.32 times higher than that of undigested. The ABTS cation radical scavenging rate increased by 1.16 times after simulated intestinal digestion for 120 min compared with undigested; the reducing power was increased by 0.30 times after simulated gastric digestion for 120 min. **Conclusion** When the optimal ratio of *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets is simulated for digestion, the finished product exhibits good antioxidant capacity. This study can provide reference for *Citrus reticulata* Blanco-black tea series products.

KEY WORDS: *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets; simulated digestion; total phenol; total flavonoids; antioxidant activity

0 引 言

红茶, 色泽乌润, 味有甜香, 富含茶多酚、咖啡碱、氨基酸、矿物质和儿茶素等多种营养物质, 具有抑菌抗菌^[1]、降脂^[2]、降血糖^[3]等多种功效。红茶除了用于清饮^[4]外, 在新型食品饮料加工中也在不断被探究和创新应用, 如柑橘红茶酒、柑橘红茶菌饮料、玫瑰花红茶^[5]、奶茶^[6]等, 不仅丰富了红茶创新产品种类, 还受到了消费者喜爱。柑橘(*Citrus reticulata* Blanco), 又名宽皮橘、蜜橘、黄橘, 是芸香目(Rutales)芸香科(Rutaceae)植物。柑橘中含有大量的有益次生产物^[7], 及丰富的维生素 C、类黄酮及类胡萝卜素等, 其中维生素 C 具有抗氧化的重要作用^[8], 并且, 有研究表明柑橘中的生物活性成分柑橘果胶(citrus pectin, CP)经羟甲基化后有助于肠道益生菌的增殖^[9], 对肠道具有一定的保护作用; 柑橘还能够抑制部分癌细胞的分裂增殖, 对抗癌有显著功效^[10]。

茶咀嚼片是一种符合现代的、健康的休闲食品, 具有便携、方便、营养物质含量高等特点, 目前咀嚼片已成为食品深加工的研究热点^[11-13]。前人分别对红茶与柑橘的活性成分和药理作用做了较深入的研究^[14-15], 但是对柑橘-红茶咀嚼片的研发应用较为少见, 市场上此类产品也较少。若将二者的原料按照一定比例复配, 研发一种新型复

合茶咀嚼片, 可协同发挥二者的营养功效。因此, 本研究以超微红茶粉^[16]、柑橘粉为主, 采用直接压片法^[17-18]制备咀嚼片, 通过建立体外模拟消化系统对柑橘-红茶咀嚼片的多酚类化合物稳定性和抗氧化活性进行测定, 探究 1,1-二苯基-2-苦基肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH)自由基、2,2'-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐[2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) ammonium salt, ABTS]阳离子自由基清除能力以及还原力的变化规律, 并探究总酚、总黄酮的释放规律, 以期丰富功能性产品, 并为健康食品开发提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

小种红茶超微茶粉(200 目, 福建省安溪崇德茶业有限公司); 柑橘粉(谷本道元旗舰店); α -淀粉酶(100000 U/g, 广州汇鼎食品有限公司); 胃蛋白酶(1000 NFU/mg, 浙江福轩生物科技有限公司); 胰蛋白酶(40000 U/g, 宁夏夏盛实业集团有限公司); 麦芽糊精、赤藓糖醇、硬脂酸镁(食品级, 河南万邦化工科技有限公司); 没食子酸(分析纯, 天津市众联化学试剂有限公司); 硝酸铝(分析纯, 西陇科学股份有限公司); 福林酚、ABTS 试剂(分析纯)、DPPH 溶液(0.03 mg/mL)(福州飞净生物科技有限公司); 过硫酸钾(分析纯, 勤知实验室

仪器及耗材商城); 铁氰化钾(分析纯, 天津市北联化学精细化学品开发有限公司)。

P3100-37 旋转式压片机(上海天阖机械设备有限公司); HZK-FA110S 电子天平(精确度 0.001 g, 福州华志科学仪器有限公司); PJ-3 片剂四用测试仪(天津市郭明义要设备有限公司); V-1100D 型可见光光度计(上海美谱达仪器公司); PHS-25 型 pH 计(上海仪电科学仪器股份有限公司); SC-3610 低速离心机(安徽中科中佳科学仪器有限公司); SHA-B 水浴振荡器(杭州钦莱实验仪器有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 工艺流程及操作要点

本研究所制的柑橘-红茶咀嚼片工艺流程如图 1。

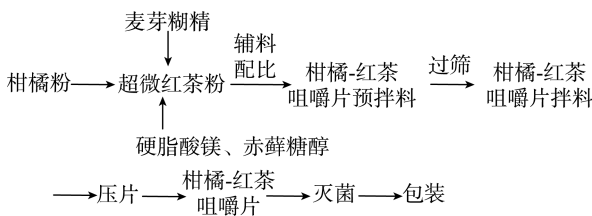


图 1 柑橘-红茶咀嚼片的工艺流程图
Fig.1 Process flow chart of *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets

具体操作流程如下: (1)称量正山小种超微茶粉、柑橘粉、麦芽糊精、赤藓糖醇和硬脂酸镁, 混合均匀得到柑橘-红茶咀嚼片预拌料; (2)用 60 目筛子对柑橘-红茶咀嚼片预拌料过筛, 得到柑橘-红茶咀嚼片拌料; (3)参照刘淑敏等^[19]研究, 并做修改, 采用旋转式压片机, 调节适应的厚度, 倒入混合物料, 得到表面光滑、结构稳定的咀嚼片; (4)将柑橘-红茶咀嚼片置于紫外线下照射 30 min 进行灭菌; (5)将杀菌的成品进行包装。

1.2.2 茶柑比对柑橘-红茶咀嚼片品质影响的探究

参照任小莉等^[20]研究, 并做一定修改, 在预实验的基础上, 固定麦芽糊精添加量 40.6%、赤藓糖醇添加量 33.3%、硬脂酸镁添加量 1.1%, 在 20%茶柑混合物添加量的条件下, 设置红茶粉与柑橘粉质量比例为 2:8、3:7、4:6、5:5、6:4、7:3、8:2, 探究不同茶柑质量比对柑橘-红茶咀嚼片品质的影响。以感官评分、硬度、脆碎度以及崩解度作为考察指标, 采用单因素实验法, 依次对不同因素所制成品统一进行感官审评, 并对柑橘-红茶咀嚼片成品进行硬度、脆碎度以及崩解度测验, 综合得出茶柑混合物的最佳比值。

1.2.3 茶柑混合物添加量对柑橘-红茶咀嚼片质量影响的探究

根据 1.2.2 得出茶粉与柑橘粉的最佳比例。在此基础上探究不同茶柑混合物的添加量(10%、15%、20%、25%、30%)对柑橘-红茶咀嚼片品质及物理性状的影响。固定赤藓糖醇 33.3%、硬脂酸镁 1.1%, 其中麦芽糊精随着茶柑混合

物添加量的变化而变化, 以 100%计。

1.2.4 感官审评评价指标

参照韦慧鲜等^[21]研究, 并稍作修改, 分别对柑橘-红茶咀嚼片的风味、口感以及组织形态进行评分, 满分 100 分, 具体感官审评表如表 1 所示。感官审评团队由 10 位茶学专业、持有高级评茶员证书的学生构成。感官得分的计算见公式(1):

感官得分= $A_1+A_2+A_3$ (1)

式中: A_1 为对柑橘-红茶咀嚼片风味的感官评分; A_2 为对柑橘-红茶咀嚼片口感的感官评分; A_3 为对柑橘-红茶咀嚼片组织形态的感官评分。

表 1 柑橘-红茶咀嚼片感官审评标准
Table 1 Sensory evaluation standard of *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets

评级指标	评价指标	分值/分
A_1 风味 (30 分)	具有小种红茶和柑橘的香味, 香味十分醇正, 滋味可口	26~30
	具有小种红茶和柑橘的香味, 比较可口, 甜度比较适中	21~25
	具有较淡的小种红茶和柑橘的香味, 口味比较正常	16~20
	小种红茶和柑橘的香味较淡, 稍微夹杂着异味	11~15
	细腻, 爽口, 入口无颗粒感	36~40
A_2 口感 (40 分)	入口比较顺口, 不糊口, 无明显颗粒感	31~35
	稍有糊嘴感觉, 无明显颗粒感, 有粗糙感	26~30
	比较糊口, 稍微有颗粒感, 粗糙感明显	21~25
	外形完整, 表面顺滑富有光泽, 截面组织比较紧密细腻	26~30
	外形完整, 表面尚顺滑有光泽, 截面组织基本紧密	21~25
A_3 组织形态 (30 分)	外形较完整, 表面尚顺滑, 截面组织尚紧密	16~20
	外形不完整, 表面粗糙, 截面呈粉状	11~15

1.2.5 物理性状测定方法

利用片剂四用仪器, 参考说明书, 对代表性样品进行硬度、脆碎度及崩解度测试。硬度检测时查看硬度指针是否为零, 旋转硬度杆, 夹住被测咀嚼片, 反向旋转加压逐渐增加压力, 咀嚼片破碎时记录硬度值; 脆碎度测定时预热 10 min, 打开脆碎盒放入 5 粒柑橘-红茶咀嚼片盖好, 点击“脆碎”位置, 记录脆碎时长; 崩解度测定时, 打开水箱预热至(37±0.5)°C并将崩解支杆接在崩解升降杆上, 取 3 粒柑橘-红茶咀嚼片置于崩解盒, 记录崩解度时长。重复 3 次实验, 验证该工艺对柑橘-红茶咀嚼片的硬度、脆碎度、崩解度等指标是否达标。

1.3 体外模拟消化

体外连续模拟消化实验参考 OLIVEIRA 等^[22]方法, 进行部分改动。取 540 mL 样品, 同时调节 pH 依次加入 α -淀粉酶、胃蛋白酶、胰蛋白酶进行模拟口腔消化(1 min), 模拟胃消化(2 h), 模拟肠消化(2 h)。在模拟胃、肠消化期间取 30、60、90、120 min 样品进行总酚、总黄酮、DPPH、ABTS 阳离子自由基清除率和还原力的测定。

1.3.1 样品提取液的制备

参照张灿等^[23]的方法并作一定的修改^[24]。取 5 粒柑橘-红茶咀嚼片用研钵进行研磨, 称取 4 g 咀嚼片粉末按 1:450 比例加入沸水, 在 100℃水浴锅中恒温水浴浸提 10 min, 用水进行冷却, 取 540 mL 提取液备用。

1.3.2 模拟口腔消化

取 0.01 g α -淀粉酶溶解于 10 mL 1 mol/L CaCl_2 溶液中, 混合均匀制成模拟唾液。取模拟唾液 6 mL 加入各实验消化样品中, 在 37℃、200 r/min 的条件下恒温水浴振荡模拟消化 1 min, 冰水冷却结束反应。

1.3.3 模拟胃消化

取 1 mol/L HCl 调节待消化样品 pH 至 2.0 左右, 称量 0.8 g 胃蛋白酶溶于 16 mL 0.1 mol/L HCl 溶液, 充分溶解, 制成模拟胃液。取 15 mL 模拟胃液加入待消化样品中, 在 37℃、160 r/min 的条件下恒温水浴振荡模拟消化 2 h, 反应结束后用冷水快速冷却, 结束反应。

1.3.4 模拟肠消化

用 1 mol/L NaOH 溶液调节上述消化溶液(模拟胃消化液)的 pH 至 6.8 左右, 称量 0.2 g 胰蛋白酶溶解于 16 mL 磷酸盐缓冲液(0.01 mol/L, pH 7.0), 制成模拟肠消化液, 取 12 mL 模拟肠消化液于上述待消化液中, 在 37℃、160 r/min 的条件下恒温水浴振荡模拟消化 2 h。结束时在恒温水浴锅 100℃中放置 7 min, 冰水冷却结束反应, 使酶彻底失活。

1.3.5 柑橘-红茶咀嚼片中总酚含量的测定

总酚含量参考 GB/T 8313—2008《茶叶中茶多酚和儿茶素类含量的检测方法》, 采用福林-酚比色法测定^[25], 并做一定改动。于 765 nm 下测定反应前后吸光度值, 用没食子酸含量表示。

1.3.6 柑橘-红茶中总黄酮含量的测定

黄酮含量的测定参考宁二娟等^[26]的方法, 略有改动。利用硝酸铝的显色反应, 在波长为 510 nm 的条件下测其吸光度值。

1.3.7 柑橘-红茶咀嚼片中 DPPH 自由基清除力能力的测定

参考王瑞等^[27]方法, 略有改动。结果以 DPPH 自由基清除率(%)表示。取 10 mL 样品加入离心管, 在 5000 r/min 的离心机中离心 10 min, 取离心后的样品 2 mL 与 DPPH 溶液 2 mL 混合均匀, 避光反应 30 min, 于 517 nm 下测定其吸光度值为 A_1 ; 分别取 2 mL 的样品与 DPPH 溶液, 混合均匀, 在 517 nm 下测定吸光度值为 A_0 ; A_2 为 2 mL 样品溶

液与 70%乙醇溶液混合测定的吸光度值。实验重复 3 次, 计算公式为式(2)。

$$\text{DPPH 清除率}/\%=[A_0-(A_1-A_2)]/A_0\times 100\% \quad (2)$$

1.3.8 柑橘-红茶咀嚼片中 ABTS 阳离子自由基清除能力的测定

参考 FU 等^[28]方法, 略有改动, 结果以 ABTS 阳离子自由基清除率(%)表示。取 0.2 mL 7.4 mmol/L ABTS 阳离子自由基和 2 mL 2.6 mmol/L 过硫酸钾混合反应, 在避光条件下反应 12 h, 用无水乙醇稀释混合溶液, 稀释至溶液在 734 nm 下的吸光度值为 0.7 ± 0.02 , 即为 ABTS 阳离子自由基工作液。取 2.4 mL ABTS 阳离子自由基工作液与 0.6 mL 样品溶液充分混合, 静置反应 6 min, 在 734 nm 下测定吸光度值为 A ; 再次取 2.4 mL ABTS 阳离子自由基工作液与 0.6 mL 95%乙醇静置反应 6 min, 在 734 nm 下测定吸光度值, 为 A_0 。实验重复 3 次, 计算公式为式(3)。

$$\text{ABTS 阳离子自由基清除率}/\%=[A_0-A/A_0]\times 100\% \quad (3)$$

1.3.9 柑橘-红茶咀嚼片中还原力的测定

参考 ZENG 等^[29]方法进行测定, 结果以 OD 值表示。取样品 0.25 mL, 按顺序加入 1 mL 磷酸盐缓冲液和 1.25 mL 的 1%铁氰化钾溶液混合均匀, 在 50℃的水浴锅中水浴 20 min, 取出后迅速冷却, 取 10%三氯乙酸 1.25 mL 加入冷却液中, 室温静置 10 min, 取 2.5 mL 的上清液加入 2.5 mL 的纯净水和 0.1%的三氯乙酸 0.5 mL 静置 10 min, 在 700 nm 下测定其吸光度值。

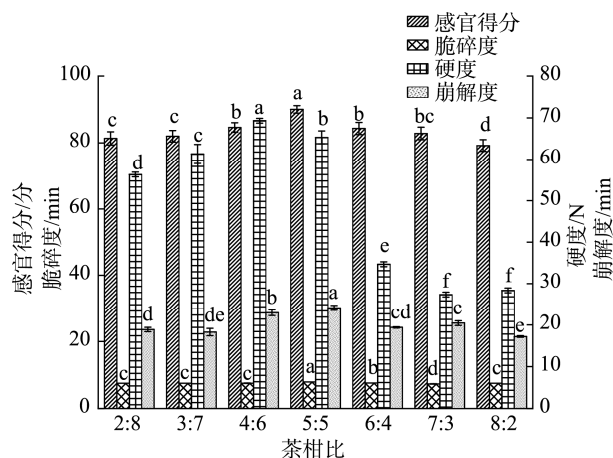
1.4 数据处理

实验数据采用 Origin 2018 进行统计分析和绘图, SPSS 25.0 数据处理软件进行显著性差异和相关性分析, 用平均数 $\pm$ 标准偏差表示。

2 结果与分析

2.1 不同茶柑比对柑橘-红茶咀嚼片质量的影响

由图 2 可知, 不同茶柑比对柑橘-红茶咀嚼片质量影响较大。随着红茶粉的增加和柑橘粉的减少, 可在不同程度上增加柑橘-红茶的感官得分、脆碎度、硬度。当红茶粉添加量添加比例过低时, 成品咀嚼片缺少红茶的香味, 易崩解。当红茶粉添加量添加比例过高时, 红茶独特的香味占主导, 缺少柑橘的清爽, 风味不够协调, 硬度较差, 含片易崩解。根据图 2 可知不同茶柑比中, 茶柑比值为 5:5 时, 柑橘-红茶咀嚼片的风味协调, 入口爽滑, 具有细腻、清香的风味, 外观呈现浅棕色, 表面光滑无颗粒感, 其原因可能是红茶粉在一定程度可增加咀嚼片的顺滑度并且增加小种红茶特有的香气。当茶柑比值为 5:5 时, 感官审评得分为最高为(90.0500 $\pm$ 1.1168)分。此时, 脆碎度达到最高值为(7.9000 $\pm$ 0.0000) min、崩解度也达到最高值为(24.1100 $\pm$ 0.5789) min, 硬度适中为(65.3333 $\pm$ 1.5275) N。因此, 选择茶柑比的最佳比值为 5:5。



注: 不同字母表示数值存在显著性差异($P<0.05$), 下同。

图 2 不同茶柑比对柑橘-红茶咀嚼片质量的影响

Fig.2 Effects of different tea to citrus ratios on the quality of *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets

2.2 不同茶柑混合物添加量对柑橘-红茶咀嚼片质量的影响

由图 3 可知, 茶柑混合物添加量的增加有利于改善柑橘-红茶咀嚼片的感官得分和物理性状, 其中感官得分、脆碎度、硬度和崩解度随着茶柑混合物添加量的增加呈现先增加后减少的趋势。当茶柑混合物添加量过低时, 会有风味突出不明显、甜度较高、外形较完整、截断面组织尚紧密等问题出现。当茶柑混合物添加量过高时, 入口较顺滑, 无明显的颗粒感, 甜度适中, 外形完整, 截断面组织较紧密。结果表明添加量为 25% 时, 感官审评得分最高为 (83.3000 ± 0.7149) 分, 成品具有浓郁的红茶与柑橘的香味, 滋味可口, 入口顺滑, 甜度适宜, 外形完整富有光泽, 崩解度也高于其他茶柑混合物添加量, 此时, 脆碎度适中为

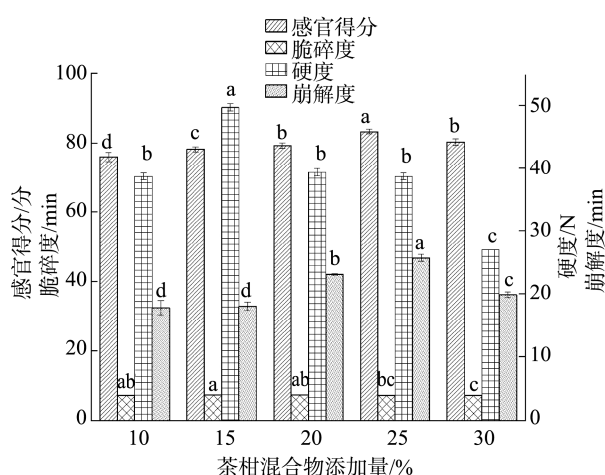


图 3 不同添加量对柑橘-红茶咀嚼片质量的影响

Fig.3 Effects of different addition amounts on the quality of *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets

(7.2000 ± 0.0000) min、崩解度达到最高值为(25.7367 ± 0.5326) min, 硬度适中为(38.6667 ± 0.5774) N, 因此确定茶柑混合物添加量为 25%。最终得出柑橘柑橘-红茶咀嚼片最佳配比为: 茶柑混合物 25%、麦芽糊精 40.6%、赤藓糖醇 33.3%、硬脂酸镁 1.1%。

2.3 体外模拟消化对柑橘-红茶咀嚼片酚类化合物含量变化的影响

由图 4 得知, 体外模拟消化对总酚含量有显著的影响($P<0.05$), 整体呈下降趋势。从未消化的(7.7933 ± 0.1290) mg/100 g 至肠消化 120 min 的(4.4233 ± 0.0635) mg/100 g, 总酚含量降低了 43.24%, 与李斌等^[30]研究的软枣猕猴桃总酚变化趋势一致。可能是在消化过程中消化酶、酸碱度等条件的变化, 抑制了多酚类物质的稳定性, 不利于多酚类物质的存在^[31], 在消化过程中, 环境的变化, 亦或是影响多酚类物质的合成; 又或是在胃消化阶段, 酸性条件下随着时间的增加酚类物质先增加后降低, 在胃消化 30 min 时达到最大值为(7.3233 ± 0.0681) mg/100 g, 在胃消化 120 min 达到最小值为(4.8733 ± 0.0751) mg/100 g, 随后在肠消化, 即在中性环境下基本保持稳定, 变化较少, 可能在中性环境下, 多酚类物质较稳定, 不易被分解^[32], 在模拟肠消化时总酚能够保持基本不变。总黄酮亦是变化显著($P<0.05$), 从未消化的(22.1433 ± 0.0208) mg/g 到口腔消化的(14.2933 ± 0.5316) mg/g, 胃消化 30 min 的(7.1500 ± 0.2946) mg/g, 再到肠消化 120 min 的(20.5400 ± 0.02646) mg/g, 整体过程是先降低后增加, 说明口腔和胃消化初期会抑制总黄酮类物质的生成。其中酸性或碱性条件下, 黄酮类物质较为稳定, 能够有效地被肠胃吸收发挥其功效, 并能保持黄酮类物质含量的稳定; 其次肠消化 120 min 相较于胃消化 30 min 增加了 65.19%, 说明胰蛋白酶有助于黄酮类物质的增加^[33]; 或者胰蛋白酶在特定部位下可将非黄酮类物质转化生成黄酮类物质, 有利于黄酮类物质含量的增加。

2.4 体外模拟消化对柑橘-红茶咀嚼片抗氧化活性的影响

由图 5 可知, 模拟胃消化结束时的 DPPH 自由基清除率($79.3700\%\pm0.5821\%$)相较于未消化($60.4733\%\pm2.5711\%$)时增加 31.25%($P<0.05$), 并在 60 min 时达到最大值($80.1633\%\pm0.5493\%$), 比未消化时增加 32.6%; 而模拟肠消化结束时 DPPH 自由基清除率($20.5767\%\pm1.2203\%$)相较于未消化时降低 65.97%, 其原因可能是酸性环境下, 有利于还原力能力的增加, 还原力能力的增加更加利于 DPPH 自由基的清除; 亦或是在酸性条件下, 胃蛋白酶与游离态多酚反应或结合, 对 DPPH 自由基的清除能力有显著促进作用; 反之, 在碱性环境下不利于 DPPH 自由基清除能力的发挥, 使抗氧化能力下降, 即模拟胃消化的清除力大于模拟肠消化; ABTS 阳离子自由基清除率经过模拟口腔后

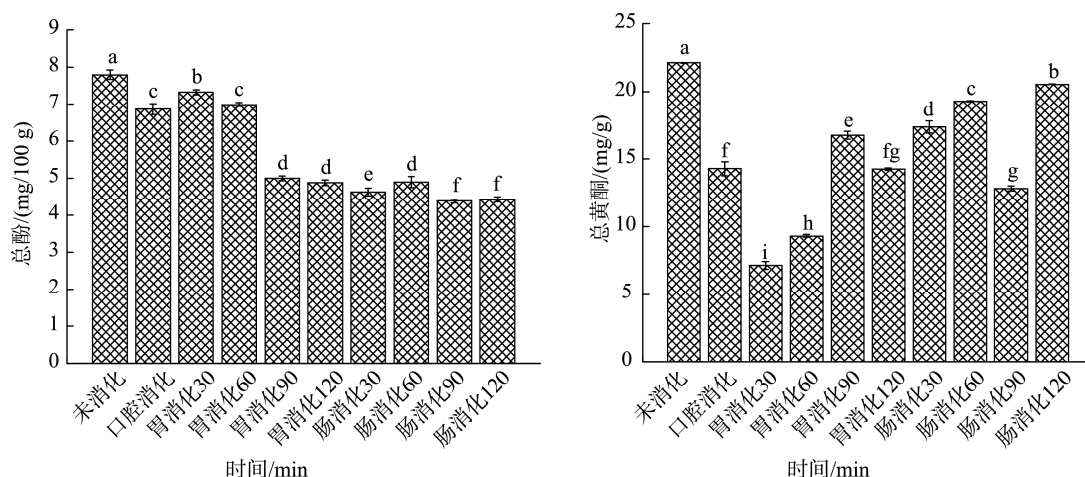


图 4 体外模拟消化对柑橘-红茶咀嚼片酚类化合物含量变化的影响

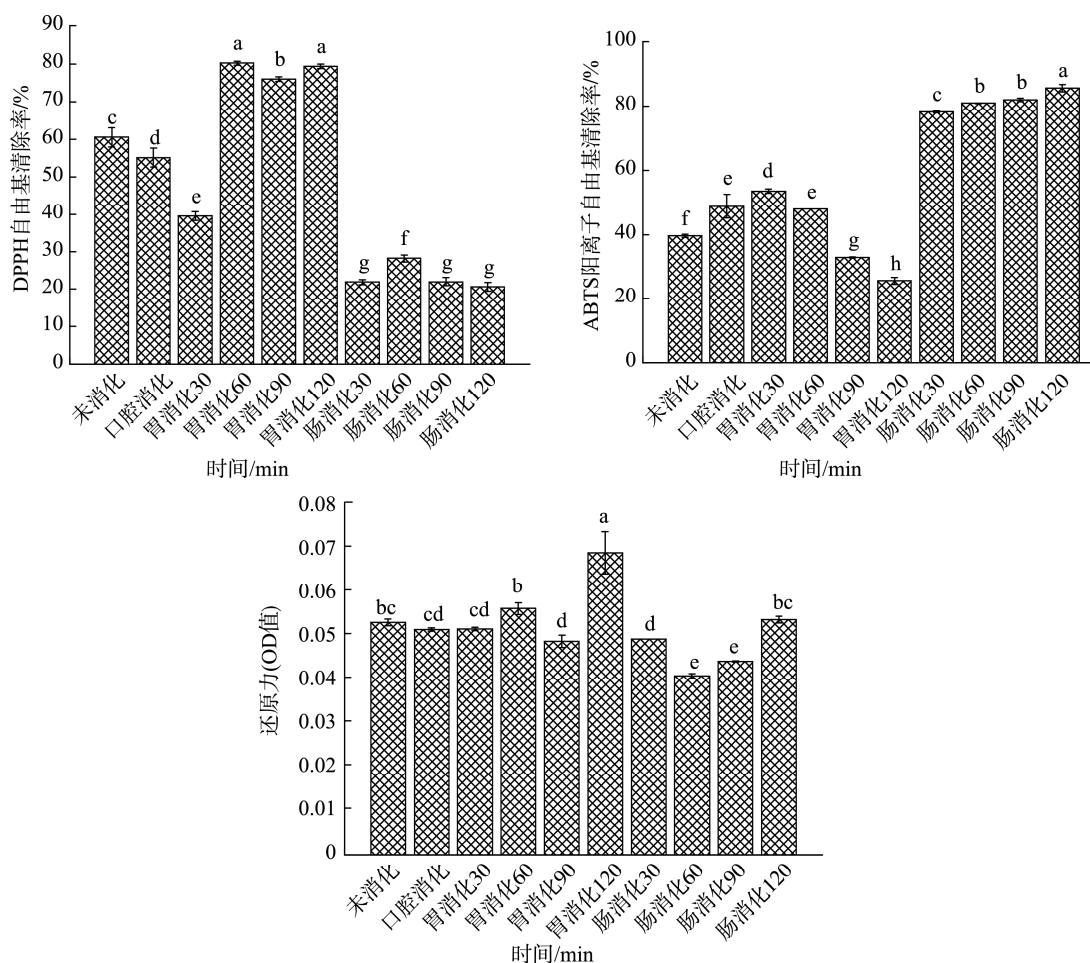
Fig.4 Effects of *in vitro* simulated digestion on the content of phenolic compounds in *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets

图 5 体外模拟消化对柑橘-红茶咀嚼片抗氧化活性的影响

Fig.5 Effects of *in vitro* simulated digestion on antioxidant activity of *Citrus reticulata* Blanco-black tea chewable tablets

从未消化的 $39.5300\% \pm 0.4987\%$ 增加到 $48.9067\% \pm 3.6950\%$, 直至模拟胃消化 30 min 时达到小高峰 ($53.6900\% \pm 0.6548\%$), 相较于未消化时增加了 35.82%, 经模拟肠液处理后, 显著

上升^[34] ($P < 0.05$)。在模拟肠消化结束后, ABTS 阳离子自由基清除率达到 $85.6800\% \pm 1.1490\%$, 相比未消化时增加 116.75%, 推测在该体系中, 胰蛋白酶在碱性条件下与总

酚或总黄酮相互反应，产生新的复合物，该复合物有利于 ABTS 阳离子自由基清除率的增加^[35]；或者是总酚在碱性环境下有利于促进水溶性氧化产物茶黄素的分解，增加茶黄素含量，进一步增加 ABTS 阳离子自由基清除率^[36]。还原力在经过模拟口腔后降低，在模拟胃消化结束时达到最大值，相较未消化时增加 30%，说明还原力在酸性条件下可以与其他物质反应增加其活性，提高其抗氧化能力。

2.5 体外模拟消化过程中柑橘-红茶咀嚼片酚类物质含量与抗氧化性的相关性分析

相关系数是指两变量之间是否有关联，绝对值越大说明两变量之间的关联性越强。由表 2 可知，总酚含量与 DPPH 自由基清除率以及还原力呈现正相关，其中总酚含量与 DPPH 自由基清除率的相关系数为 0.600，呈现显著正向相关，即在线性范围内，总酚增加会使 DPPH 自由基清除率增加；而总酚含量与还原力的相关系数为 0.261，说明二者之间有关联性，但不强烈，关联性较弱，与范利君等^[37]研究结果一致；总酚含量与 ABTS 阳离子自由基清除率之间的相关系数为-0.552，呈现显著负相关性，表示在线性范围内，二者之间一个变量增加时，另一个变量减少，与茶多酚模拟胃肠消化结果相符^[38]。而总黄酮含量与 DPPH 自由基清除率、ABTS 阳离子自由基清除率和还原力之间的相关系数分别为-0.358、0.152 和-0.139。其中，总黄酮含量与 DPPH 自由基清除率之间呈现一般负相关性，二者之间一个含量增加则另一个含量将会减少。而总黄酮含量与 ABTS 阳离子自由基清除率和还原力之间相关性较弱。表明柑橘-红茶咀嚼片抗氧化性除了与酚类化合物含量有关，也可能与酚类物质的存在形式或者与蛋白质结合形成物质有关。

表 2 酚类化合物与抗氧化性指标间相关性分析
Table 2 Correlation analysis between phenolic compounds and antioxidant indexes

指标	酚类物质	
	总酚含量 X_1	总黄酮含量 X_2
DPPH 自由基清除率 X_3	0.600*	-0.358
ABTS 阳离子自由基清除率 X_4	-0.552*	0.152
还原力 X_5	0.261	-0.139

注：*在 0.05 级别(单尾)，相关性显著。

3 结 论

通过单因素实验对茶柑混合物比例及茶柑混合物添加量进行分析，以感官得分、脆碎度等作为指标对柑橘-红茶咀嚼片综合分析，获得柑橘-红茶咀嚼片的最佳配比为：茶柑混合物 25%、麦芽糊精 40.6%、赤藓糖醇 33.3%、硬

脂酸镁 1.1%。在此基础上，通过体外模拟消化探究柑橘-红茶咀嚼片中酚类化合物稳定性和抗氧化活性的变化，结果表明总酚会随着消化时间的增加而降低，其原因可能是偏酸或偏碱会影响总酚的稳定性，时间越长，稳定性越差。亦或是进入消化部位，部分总酚被人体吸收，总酚含量逐渐降低；总黄酮含量总体也是降低，但在模拟肠消化时，胰蛋白酶在碱性环境下与某些黄酮类物质相结合，使得总黄酮含量增加。在抗氧化方面，总酚含量与 DPPH 自由基清除率呈显著性正相关，DPPH 自由基清除力在模拟胃消化 60 min 时相比未消化时增加 32.6%，可能是由于酸性条件下，促进某些多酚类物质的释放，且不易被分解，从而使抗氧化能力增加。其中模拟胃消化 30 min、肠消化 120 min 的 ABTS 阳离子自由基清除率与未消化相比分别增加 35.82%和 116.75%，其中肠消化的抗氧化能力显著增加，其余相关性较弱。本研究表明柑橘-红茶咀嚼片具有较好的抗氧化能力，是符合人体需求的功能性产品。

参考文献

[1] MA S, GJ P, YAU J, *et al.* Antifungal activity of black tea polyphenols (catechins and theaflavins) against *Candida* species [J]. *Chemotherapy*, 2009, 55(3): 189–196.

[2] 涂政, 林家正, 褚飞洋, 等. 不同粒径超微红茶粉体冷藏特性及降脂功效[J]. *食品科学*, 2022, 43(5): 111–117.

TU Z, LIN JZ, CHU FY, *et al.* Refrigeration characteristics and lipid-lowering efficacy of ultrafine black tea powder with different particle sizes [J]. *Food Sci*, 2022, 43(5): 111–117.

[3] LI S, CHEN H, WANG J, *et al.* Involvement of the PI3K/Akt signal pathway in the hypoglycemic effects of tea polysaccharides on diabetic mice [J]. *Int J Biol Macromol*, 2015, 81: 967–974.

[4] 滑金杰, 袁海波, 江用文. 我国红茶产业现状、加工进展及前景展望[J]. *华中农业大学学报*, 2022, 41(5): 16–23.

HUA JJ, YUAN HB, JIANG YW. Current situation, processing progress and prospect of black tea industry in China [J]. *J Huazhong Agric Univ*, 2022, 41(5): 16–23.

[5] 姜苗, 黄晓琴, 伊冉, 等. 玫瑰花红茶抗氧化性研究[J]. *山东林业科技*, 2022, 52(5): 39–47.

JIANG M, HUANG XQ, YI R, *et al.* Antioxidant activity of rose black tea [J]. *Shandong Forest Technol*, 2022, 52(5): 39–47.

[6] 刘忠雄, 郑国, 吴成建, 等. 坦洋工夫红茶制作调饮奶茶初探[J]. *福建茶叶*, 2022, 44(11): 25–27.

LIU ZX, ZHENG G, WU CJ, *et al.* A preliminary study on the production of mixed milk tea by Tanyang congou black tea [J]. *Fujian Tea*, 2022, 44(1): 25–27.

[7] SINGH B, SINGH JP, KAUR A, *et al.* Phenolic composition, antioxidant potential and health benefits of citrus peel [J]. *Food Res Int*, 2020, 132(7): 109111–109114.

- [8] ALAM MA, SUBHAN N, RAHMAN MM, *et al.* Effect of citrus flavonoids, naringin and naringenin, on metabolic syndrome and their mechanisms of action [J]. *Adv Nutr*, 2014, 5(4): 404–417.
- [9] 梁美香, 杨可, 李康杰, 等. 羧甲基化柑橘果胶的体外模拟消化及益生元作用[J]. *食品与发酵工业*, 2023, 10: 1–8.
- LIANG MX, YANG K, LI KJ, *et al.* *In vitro* digestion and prebiotic effects of carboxymethylated citrus pectin [J]. *Food Ferment Ind*, 2023, 10: 1–8.
- [10] DU Q, CHEN H. The methoxyflavones in *Citrus reticulata* Blanco cv. ponkan and their antiproliferative activity against cancer cells [J]. *Food Chem*, 2010, 119(2): 567–572.
- [11] 马子龙, 李海龙, 米帅, 等. 响应面优化黑果腺肋花楸花色苷咀嚼片配方[J]. *食品工业*, 2022, 43(10): 86–91.
- MA ZL, LI HL, MI S, *et al.* Response surface optimization of anthocyanin chewable tablet formula of *Aronia melanocarpa* [J]. *Food Ind*, 2022, 43(10): 86–91.
- [12] 辛镇忠, 王连, 王愈, 等. 红枣渣复配酸枣粉咀嚼片的研制及性质[J]. *农产品加工*, 2022, (19): 26–30.
- XIN ZZ, WANG L, WANG Y, *et al.* Preparation and properties of jujube residue compound jujube powder chewable tablets [J]. *Agric Prod Process*, 2022, (19): 26–30.
- [13] 郑丹丹, 王京龙, 王飞, 等. 茶多酚咀嚼片的制备及其质量控制[J]. *食品工业*, 2016, 37(3): 125–128.
- ZHEN DD, WANG JL, WANG F, *et al.* Preparation and quality control of tea polyphenols chewable tablets [J]. *Food Ind*, 2016, 37(3): 125–128.
- [14] 白莉, 吴颖娴, 董浩, 等. 23 个品种柑橘果皮黄酮类含量及抗氧化活性比对研究[J]. *食品安全质量检测学报*, 2023, 14(19): 133–142.
- BAI L, WU YX, DONG H, *et al.* Comparative study on flavonoid content and antioxidant activity of 23 citrus varieties [J]. *J Food Saf Qual*, 2023, 14(19): 133–142.
- [15] 乐婷, 王王伟, 王蔚, 等. 不同等级红茶的抗氧化活性及关键成分比较分析[J]. *现代食品科技*, 2022, 38(8): 97–104.
- LE T, WANG WW, WANG W, *et al.* Comparative analysis of antioxidant activity and key components of different grades of black tea [J]. *Mod Food Technol*, 2022, 38(8): 97–104.
- [16] 叶秋莹, 黄宏浩, 宋飞, 等. 超微红茶粉的理化性质和抗氧化活性的研究[J]. *现代食品*, 2021, 27(3): 210–214.
- YE QY, HUANG HH, SONG F, *et al.* Physicochemical properties and antioxidant activity of ultrafine black tea powder [J]. *Mod Food*, 2021, 27(3): 210–214.
- [17] 刘佳梦, 王梓涵, 林丽静, 等. 龙眼超微粉含片的配方优化及品质评价[J]. *食品研究与开发*, 2022, 43(21): 99–107.
- LIU JM, WANG ZH, LIN LJ, *et al.* Formulation optimization and quality evaluation of Longan ultrafine powder buccal tablets [J]. *Food Res Dev*, 2022, 43(21): 99–107.
- [18] 韦慧鲜, 阮碧芳, 黄佳伟, 等. 参灵斛保健含片的制备工艺[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(21): 7844–7848.
- WEI HX, RUAN BF, HUANG JW, *et al.* Preparation process of *Shenling dendrobium* health lozenge [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(21): 7844–7848.
- [19] 刘淑敏, 张淑君, 梁绮晴, 等. 白芸豆甘蔗渣咀嚼片直接压片法的制备工艺研究[J]. *食品研究与开发*, 2021, 42(17): 93–100.
- LIU SM, ZHANG SJ, LIANG QJ, *et al.* Study on the preparation process of white kidney bean bagasse chewable tablets by direct compression method [J]. *Food Res Dev*, 2021, 42(17): 93–100.
- [20] 任小莉, 王树林, 王进英, 等. 响应面法优化黄果梨咀嚼片制备配方[J]. *食品安全质量检测学报*, 2022, 13(1): 254–261.
- REN XL, WANG SL, WANG JY, *et al.* Response surface methodology was used to optimize the preparation formula of Huangguo pear chewable tablets [J]. *J Food Saf Qual*, 2022, 13(1): 254–261.
- [21] 韦慧鲜, 阮碧芳, 黄佳伟, 等. 参灵斛保健含片的制备工艺[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(21): 7844–7848.
- WEI HX, RUAN BF, HUANG JW, *et al.* Preparation process of *Shenling dendrobium* health lozenge [J]. *Food Saf Qual*, 2020, 11(21): 7844–7848.
- [22] OLIVEIRA A, PINTADO M. Stability of polyphenols and carotenoids in strawberry and peach yoghurt throughout *in vitro* gastrointestinal digestion [J]. *Food Funct*, 2015, 6(5): 1611–1619.
- [23] 张灿, 张康逸, 孙艳敏, 等. 青麦仁饼干多酚及抗氧化活性在模拟胃肠消化后的变化研究[J]. *食品科技*, 2020, 45(10): 82–87.
- ZHANG C, ZHANG KY, SUN YM, *et al.* Study on the changes of polyphenols and antioxidant activity of green wheat kernel biscuits after simulated gastrointestinal digestion [J]. *Food Sci Technol*, 2020, 45(10): 82–87.
- [24] 王雪萍, 高士伟, 郑鹏程, 等. 不同产区绿茶氨基酸及矿物元素分析评价[J]. *食品工业*, 2020, 41(2): 322–325.
- WANG XP, GAO SW, ZHENG PC, *et al.* Analysis and evaluation of amino acids and mineral elements in green tea from different producing areas [J]. *Food Ind*, 2020, 41(2): 322–325.
- [25] TRIGUEROS L, WOJDYLO A, SENDRA E. Antioxidant activity and protein-polyphenol interactions in a pomegranate (*Punica granatum* L.) yogurt [J]. *J Agric Food Chem*, 2014, 62(27): 6417–6425.
- [26] 宁二娟, 陈玲, 王学方, 等. 20 种牡丹叶中总黄酮、总酚和芍药苷的含量测定及抗氧化活性研究[J]. *饲料研究*, 2023, 46(4): 75–80.
- NIN ERJ, CHEN L, WANG XF, *et al.* Content determination and antioxidant activity of total flavonoids, total phenols and paeoniflorin in 20 kinds of peony leaves [J]. *Feed Res*, 2023, 46 (4): 75–80.
- [27] 王瑞, 陈波伟, 杨晓萍, 等. 食物基质对模拟消化茶多酚含量及抗氧化活性的影响[J]. *华中农业大学学报*, 2017, 36(6): 105–112.
- WANG R, CHEN BW, YANG XP, *et al.* Effects of food matrix on the content and antioxidant activity of tea polyphenols in simulated digestion [J]. *J Huazhong Agric Univ*, 2017, 36 (6): 105–112.
- [28] FU Y, ZHANG Y, HU H, *et al.* Design and straightforward synthesis of novel galloyl phytosterols with excellent antioxidant activity [J]. *Food Chem*, 2014, 163(15): 171–177.

- [29] ZENG WC, ZHANG Z, GAO H, *et al.* Chemical composition, antioxidant, and antimicrobial activities of essential oil from pine needle (*Cedrus deodara*) [J]. J Food Sci, 2012, 77(7): C824–C829.
- [30] 李斌, 张继月, 耿丽娟, 等. 软枣猕猴桃在体外模拟消化过程中酚类物质及抗氧化活性的变化规律[J]. 食品科学, 2021, 42(23): 196–205.
- LI B, ZHANG JY, GENG LJ, *et al.* Changes in phenolic compounds and antioxidant activity of *Actinidia arguta* during simulated digestion *in vitro* [J]. Food Sci, 2021, 42(23): 196–205.
- [31] ERIC K, PAU L, GUTIÉRREZ G, *et al.* Effect of *in vitro* digestion on the total antioxidant capacity and phenolic content of 3 species of oregano (*Hedeoma patens*, *Lippia graveolens*, *Lippia palmeri*) [J]. J Food Sci, 2017, 82(12): 2832–2839.
- [32] LIU X, SHI J, YI J, *et al.* The effect of *in vitro* simulated gastrointestinal digestion on phenolic bioaccessibility and bioactivities of *Prinsepia utilis* Royle fruits [J]. LWT-Food Sci Technol, 2020, 138(1): 110782.
- [33] RODRIGUEZ-ROQUE MJ, ROJIS-GRAUE MA, ELEZ-MARTINEZ P, *et al.* Soymilk phenolic compounds, isoflavones and antioxidant activity as affected by *in vitro* gastrointestinal digestion [J]. Food Chem, 2013, 136(1): 206–212.
- [34] 李俊, 王谢祎, 翟宇鑫, 等. 多酚化合物体外模拟消化的稳定性分析[J]. 食品科学, 2016, 37(13): 1–5.
- LI C, WANG XY, ZHAI YX, *et al.* Stability analysis of *in vitro* simulated digestion of polyphenolic compounds [J]. Food Sci, 2016, 37(13): 1–5.
- [35] TENORE GC, CAMPIGLIA P, GIANNETTI D, *et al.* Simulated gastrointestinal digestion, intestinal permeation and plasma protein interaction of white, green, and black tea polyphenols [J]. Food Chem, 2015, 169(15): 320–326.
- [36] 张乃珣, 尹红力, 刘冉, 等. 茶黄素与真菌多糖联合清除 ABTS 自由基活性的比较[J]. 现代食品科技, 2017, 33(2): 21–28, 34.
- ZHANG NX, YIN HL, LIU R, *et al.* Comparison of ABTS free radical scavenging activity of theaflavins combined with fungal polysaccharides [J]. Mod Food Technol, 2017, 33 (2): 21–28, 34.
- [37] 范利君, 宋安康, 王志鹏, 等. 葡萄籽多酚提取物在体外模拟消化过程中抗氧化成分及抗氧化活性的变化[J]. 食品科技, 2022, 47(6): 235–242.
- FAN LJ, SONG ANK, WANG ZP, *et al.* Changes in antioxidant components and antioxidant activity of grape seed polyphenol extracts during *in vitro* simulated digestion [J]. Food Sci Technol, 2022, 47(6): 235–242.
- [38] 李玉壬, 王瑞, 王旭捷, 等. 茶多酚在模拟胃肠消化过程中含量及活性的变化规律[J]. 现代食品科技, 2021, 37(7): 115–120, 22.
- LI YR, WANG R, WANG XJ, *et al.* Changes in the content and activity of tea polyphenols during simulated gastrointestinal digestion [J]. Mod Food Technol, 2021, 37(7): 115–120, 22.

(责任编辑: 于梦娇 郑 丽)

作者简介

邱顺姣, 硕士研究生, 主要研究方向为茶叶深加工与资源综合利用。
E-mail: 2963755214@qq.com

林东艺, 讲师, 主要研究方向为茶叶深加工与资源综合利用。
E-mail: 492923780@qq.com