

赶黄草叶茶制备工艺及其对风味、功效成分溶出的影响

王星月¹, 杨潇然¹, 张紫涵¹, 贾利蓉^{1,2}, 高 鸿^{1,2}, 段飞霞^{1,2*}

(¹ 四川大学轻工科学与工程学院 成都 610056

² 四川大学 食品科学与技术四川省高校重点实验室 成都 610056)

摘要 以赶黄草鲜叶为原料,通过模糊数学模型建立赶黄草代用茶感官评价标准。通过单因素结合响应面试验方法,优化得到赶黄草叶茶最佳工艺条件:烘青水分 60%,初烘温度 124 ℃,揉捻时间 18 min。采用氨基酸分析仪、高效液相色谱技术、顶空固相微萃取(HS-SPME)和气相色谱-质谱(GC-MS)技术分析赶黄草叶茶茶汤中游离氨基酸组成、没食子酸、总黄酮、槲皮素、乔松素及其挥发性成分变化。优化后的制备工艺降低了游离苦味氨基酸与没食子酸含量,其中没食子酸为主要苦味呈味成分;赶黄草叶以青草味、橙油味、清香、花香为主体特征,叶茶中青草味和橙油味变淡,清香和花香增加。本制备工艺对总黄酮、槲皮素和乔松素等赶黄草主要功效成分的溶出无明显影响。

关键词 赶黄草; 代用茶; 风味; 感官; 没食子酸; 功效成分

文章编号 1009-7848(2022)02-0241-12 DOI: 10.16429/j.1009-7848.2022.02.026

赶黄草(*Penthorum chinense* Purch)是虎耳草科扯根菜属扯根菜的干燥地上部分^[1],主要分布于我国四川、华东、华北、贵州等地,在四川省古蔺县已实现规模化种植,为当地重要的经济作物,其茎、叶于 2020 年 6 月被批准为新食品原料使用。赶黄草茎、叶富含槲皮素、乔松素等黄酮类物质,具有预防肝脂肪变性,改善肝纤维化,解酒等生理活性^[2-5],也可入药发挥其利胆退黄、保肝抗炎、抗病毒等治疗作用^[6]。

食药两用植物是我国改善亚健康人群健康状态的珍贵、丰富的资源宝藏。代用茶是食药两用植物资源市场占比最大、最常见的产品形式。赶黄草茎、叶味苦,传统茶叶制备工艺可起到脱苦、增香、矫味的作用,可尝试用于赶黄草代用茶产品的制备,以改善口感,提高饮用依从性,促进产品推广和改善健康作用的发挥。

本文通过响应面试验,结合模糊数学感官评价法,得到赶黄草叶茶的最佳制备工艺。基于此,采用氨基酸组成分析仪、高效液相色谱技术(HPLC)、顶空固相微萃取(HS-SPME)结合气质联用(GC-MS)等技术,研究赶黄草中的主要苦味物

质基础,以及制备工艺对赶黄草风味、功效性成分溶出的影响,为赶黄草叶茶产品的开发、质量标准的建立及风味改善机制的揭示等提供数据支持。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1) 材料 赶黄草鲜叶,采自四川省泸州市古蔺县;盐酸黄连素水合物(97%),上海麦克林生化联合有限公司;槲皮素、乔松素、没食子酸(色谱纯级):北京 Solarbio 公司;乙腈、甲醇(色谱纯级),成都科龙化工试剂厂。

2) 仪器与设备 A300 氨基酸分析仪,德国 Membrapure 公司;766-0A 远红外恒温干燥箱,上海成顺仪器仪表;Aglient 1260 Infinity II 高效液相色谱,美国 Aglient 公司;FD-1A-50 冷冻干燥机,北京博医康实验仪器;RE-201D 旋转蒸发仪,上海力辰科技;HS-20 顶空自动进样器、GCMS-2010 SE 气相质谱联用仪,日本 Shimadzu 公司。

1.2 赶黄草叶茶制备工艺流程

叶茶制备工艺流程如图 1 所示:1)筛选:筛选形态完整的赶黄草新鲜叶片;2)冷冻萎凋:-18 ℃ 冷冻萎凋 24 h;3)解冻;4)烘青:热风干燥软化叶片,降低含水量;5)揉捻:室温下揉捻成条状。6)初烘:远红外干燥箱初烘、摊凉;7)复烘:热风干燥。

收稿日期: 2021-02-21

基金项目: 四川省生物医药重大专项(2018SZDZX0005)

作者简介: 王星月(1995—),女,硕士生

通信作者: 段飞霞 E-mail: duanfeixia@126.com

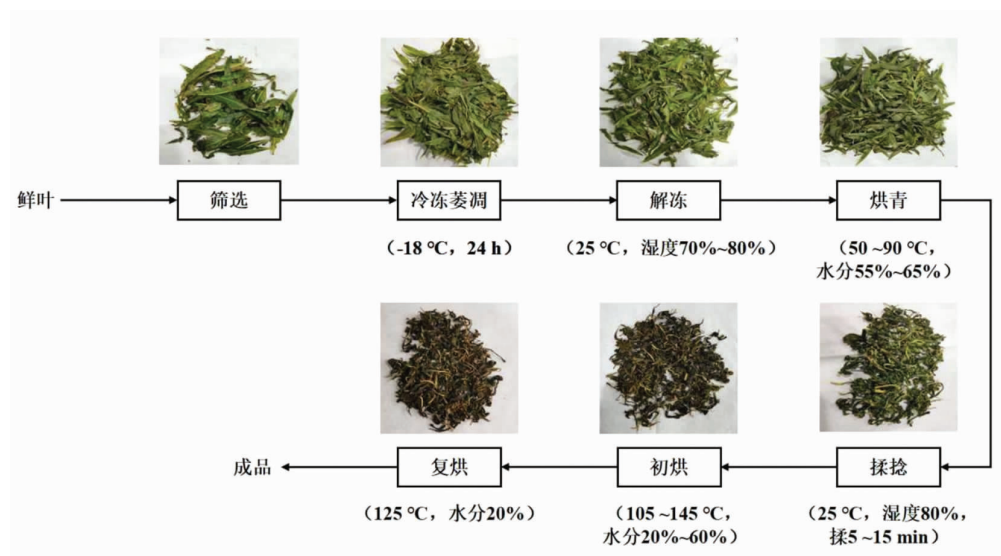


图1 赶黄草叶茶制备工艺流程图

Fig.1 Process flow of PCP leaf tea

1.3 赶黄草叶茶制备工艺参数优化

1.3.1 单因素实验 以烘青温度(50,60,70,80,90℃)、烘青水分(55%,60%,65%,70%,75%)、揉捻时间(5,10,15,20,25 min)、初烘温度(65,85,105,125,145℃)、初烘水分(20%,30%,40%,50%,60%)为影响因素,以叶茶感官综合评分作为评价指标(S)进行单因素实验。

1.3.2 响应面试验设计 基于单因素实验结果,根据 Box-Behnken 试验设计原理,选取烘青水分(A)、初烘温度(B)和揉捻时间(C)为影响因素,设计响应面试验。用-1,0,1表示低、中、高3水平,以模糊数学感官综合评分(Y)为响应值,试验因素与水平设计见表1。

1.4 感官评定

1.4.1 感官评定人员的筛选与评定标准 感官评定小组由40位成员组成(男20名,女20名),按照苦味阈值检验结果对评定人员进行筛选^[7],对叶

表1 赶黄草叶茶试验因素及水平

Table 1 Factors and levels of PCP leaf tea

因素	水平		
	-1	0	1
烘青水分/%	55	60	65
初烘温度/℃	105	125	145
揉捻时间/min	10	15	20

茶(料液比1:100)的外形、香气、苦味、汤色、叶底等5个指标评分,评价标准如表2所示。叶茶感官综合评分(S)由各项感官特性的加权平均计算得到,如式(1)所示。

$$S = \frac{4 \times N_1 + 3 \times N_2 + 1 \times N_3}{N_1 + N_2 + N_3} \quad (1)$$

式中, N_1 ——评价“好”,得4分的人数; N_2 ——评价“较好”,得3分的人数; N_3 ——评价“一般”,得1分的人数。

表2 叶茶感官评分标准

Table 2 Sensory scoring criteria of PCP leaf tea

因素	评分标准		
	好(4分)	较好(3分)	一般(1分)
外形	形状紧卷,条形完整,色泽均匀光润	形状较紧卷,条形较完整,色泽较光润	形状松散,条形细碎,色泽不光润
香气	茶香明显	香气平淡,无异味	有药味或有异味
苦味	与参比溶液对比等级为苦度Ⅱ及以下	与参比溶液对比等级为苦度Ⅲ	与参比溶液对比等级为苦度Ⅳ及以上
汤色	翠绿明亮	黄绿尚明亮	暗黄
叶底	翠绿匀齐	黄绿匀齐	暗黄匀齐

1.4.2 模糊数学模型的建立^[8-10] 确定赶黄草叶茶感官评定因素集 $U=($ 外形 u_1 , 香气 u_2 , 苦味 u_3 , 汤色 u_4 , 叶底 $u_5)$; 评语集 $V=($ 好, 较好, 一般), 对应分值分别为好 4 分, 较好 3 分, 一般 1 分。感官指标得分的离散程度反映工艺参数对赶黄草叶茶该项指标的影响及品评人对该指标的重视程度; 选取标准差作为离散程度的指标, 通过标准差归一化处理确定各感官指标权重, 得到权重集 X 。统计 40 位品评员的感官评分, 按式(2)计算得到各样品(i)的模糊关系矩阵 R_i 及模糊关系评价集 Y_i ($Y_i=X \cdot R_i$), 建立模糊矩阵^[9]。 $R_i=(R_{i \text{ 外形}}, R_{i \text{ 香气}}, R_{i \text{ 苦味}}, R_{i \text{ 汤色}}, R_{i \text{ 叶底}})/40$, 由 $Y_i=X \cdot R_i$, 计算得到 Y_i :

$$Y_i=X \cdot R_i=(x_1, x_2, x_3, x_4, x_5) \times \begin{bmatrix} r_{11} & r_{12} & r_{13} \\ r_{21} & r_{22} & r_{23} \\ r_{31} & r_{32} & r_{33} \\ r_{41} & r_{42} & r_{43} \\ r_{51} & r_{52} & r_{53} \end{bmatrix} \quad (2)$$

其中, $Y_{in}=(x_1 \wedge r_{1n}) \vee (x_2 \wedge r_{2n}) \vee (x_3 \wedge r_{3n}) \vee (x_4 \wedge r_{4n}) \vee (x_5 \wedge r_{5n})$, Y_{in} 为权重集 X 与模糊矩阵 R_i 第 n 列比较, \wedge 取最小值, \vee 取最大值, 得 $Y_i=(Y_{i1}, Y_{i2}, Y_{i3})$, 归一化后取 Y_i 的峰值为响应面中每个样品模糊数学感官综合评分。

1.5 紫外分光光度法测定总黄酮含量

制备 0.4 mg/mL 芦丁标准液, 采用硝酸铝显色法^[11], 绘制标准曲线。取 0.1 g 冻干粉用 70% 的乙醇溶液定容至 25 mL, 摇匀后于波长 510 nm 下显色。

1.6 HPLC 测定槲皮素、没食子酸和乔松素含量

分别制备 0.4 mg/mL 的槲皮素、没食子酸和乔松素标准溶液, 绘制标准曲线^[12]。用 100 mL 50% 甲醇将 100 mg 冻干粉超声溶解 30 min, 离心后过 0.22 μ m 滤膜, 取上清液。色谱柱: InertSustain C18 (5 μ m \times 4.6 mm \times 250 mm); 流动相: 0.1% 磷酸(A)、乙腈(B); 速率: 1.0 mL/min; 洗脱梯度: 0~30 min, 5% A~25% B; 30~55 min, 25% A~45% B; 55~58 min, 45% A~5% B; 柱温: 35 $^{\circ}$ C; 进样量: 20 μ L^[13]。

1.7 游离氨基酸测定

全自动氨基酸分析仪: 用 10 mL 超纯水将 0.1 g 冻干粉超声溶解, 过 0.22 μ m 滤膜后备用, 样品制备后 12 h 内完成分析^[14]。色谱柱: Column Kit Lithium 柱; 流速: 0.18 mL/min; 柱温: 40 $^{\circ}$ C, 检测器: DAD, 双波长检测: 570 nm+440 nm。

1.8 HS-SPME/GC-MS 测定挥发性成分

1) HS-SPME 条件 在 20 mL 顶空瓶中加入 1 g 冻干粉、5 mL 蒸馏水和 10 μ L 的 3-辛醇溶液, 迅速密封; 将其置于 75 $^{\circ}$ C 水浴 15 min, 萃取吸附 15 min 后, 在 250 $^{\circ}$ C 下解析 10 min^[15]。

2) GC 条件 色谱柱: HP-5 MS 石英毛细柱 (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m); 载气: 氦气 (纯度 \geq 99.999%); 柱流量: 1 mL/min (恒流模式)。升温程序如表 3 所示。

表 3 升温程序

	速率/ $^{\circ}$ C \cdot min ⁻¹	温度/ $^{\circ}$ C	保持时间/ min
初始值		40	5
1	5	80	
2	2	140	
3	5	210	5
4	10	250	5

3) MS 条件 EI; 离子源: 230 $^{\circ}$ C; 离子化: 80 eV; 四级杆: 150 $^{\circ}$ C; 全扫描式; 扫描范围: 30~400 m/z; 接口: 250 $^{\circ}$ C, 柱温: 40 $^{\circ}$ C, 进样口: 250 $^{\circ}$ C。

4) 定性和定量 将 GC-MS 分析后的结果与 NIST08.LIB 谱库进行检索比对, 以匹配指数大于 90% 为物质鉴定标准, 香气成分含量按式(3)计算, 每次检测均加入 10 μ L 的 3-辛醇 ($C_8H_{18}O$) 溶液 (20 μ g/mL); 气味活度值 (Odor activity values, OAV) 按公式(4)计算。

香气成分含量 (μ g/g)

$$= \frac{\text{各成分的峰面积}}{\text{内标物的峰面积}} \times \text{内标物质量浓度} \quad (3)$$

$$\text{OAV} = \frac{\text{香气成分质量浓度}}{\text{香气阈值}} \quad (4)$$

1.9 数据处理与统计分析

试验均重复 3 次, 表格或图片中数据均为平均值, 采用 Origin 8.0, Excel 和 SPSS 20.0 软件进行数据处理和统计分析。

2 结果与分析

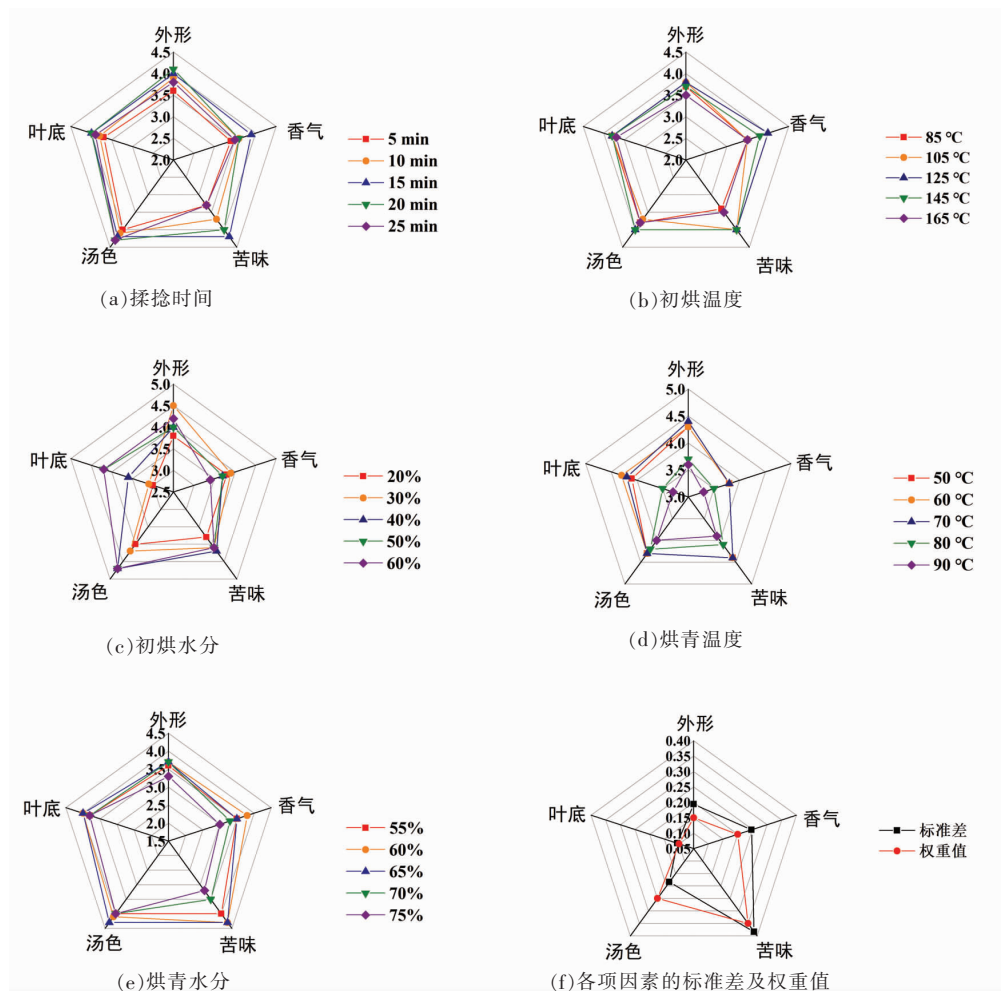
2.1 单因素实验结果

叶茶制备单因素实验中烘青温度、初烘水分、烘青水分、初烘温度和揉捻时间对赶黄草叶茶外

形、香气、汤色、苦味和叶底感官评分的影响及权重值和标准差如图2所示,其离散程度从大到小依次为:苦味>香气>外形>汤色>叶底。根据式(1),设定不同感官指标的权重值为:苦味 0.35,香气 0.25,外形 0.20,汤色 0.15,叶底 0.10,用于后续模糊数学感官综合评分^[10]的计算。

当烘青水分在 55%~65%、初烘温度在 105~145 °C,揉捻时间在 10~20 min 范围时,苦味得分

为 3.7~4.3,其它各因素得分均在 3.5 以上。烘青温度在 50~70 °C内,香气为 3.8,其它各因素得分均为 4 以上,说明烘青温度对感官指标影响不大;当初烘水分为 50%时,香气为 3.6,其它各因素得分均在 4 以上,显著高于其它水分值得分。据此,确定烘青水分、初烘温度和揉捻时间为响应面试验需优化的条件,确定初烘水分控制为 50%,烘青温度 60 °C。



注:各单因素试验中固定条件分别为揉捻时间 15 min,初烘温度 105 °C,初烘水分 50%,烘青温度 60 °C,烘青水分 70%。

图2 赶黄草叶茶单因素实验结果

Fig.2 Single factor experimental results of PCP leaf tea

2.2 赶黄草叶茶制备最优工艺

响应面试验中,赶黄草叶茶各样本的模糊数学感官综合评分结果如表4所示,对于编号为*i*的样品得到拟合方程如下:

$$Y_i = -7.77856 + 0.22852A + 0.025353B -$$

$$0.00930398C + 0.000038AB + 0.00015AC + 0.0002125BC - 0.00196826A^2 - 0.000123016B^2 - 0.00104902C^2$$

对回归方程进行方差分析和显著性检验,如表5所示。回归项中 $P < 0.05$,说明所选择模型显

著;失拟项 $P=0.034<0.05$ 差异显著,确定系数 $R^2=0.8950$, 调整确定系数 $R^2_{adj}=0.8006$ 表明该模型能够有效解释响应值变化。二次项 A^2 、 B^2 、 C^2 为极显著项 ($P<0.01$), 一次项 A 、 B 、 C , 交互项 AB 、 BC 、 AC 为不显著项 ($P>0.05$), 并由 F 值可看出, 三因素对赶黄草叶茶模糊数学感官综合评分影响的大小顺序为初烘温度 (B) > 烘青水分 (A) > 揉捻时间 (C)。

烘青水分、初烘温度和揉捻时间对模糊数学感官综合评分的影响如如图 3 所示。其两两交互

作用对模糊数学感官综合评分影响不显著, 初烘温度对模糊数学感官综合评分的影响最为显著^[16], 与方差分析结果一致。最佳工艺条件为: 烘青水分 59.53%, 揉捻时间 11.94 min, 初烘温度 123.78 °C, 模糊数学感官综合评分预测值为 0.54。鉴于实践的方便性, 将最优工艺条件调整为烘青水分 60%, 揉捻时间 12 min, 初烘温度为 124 °C。验证样品的模糊数学感官综合评分为 0.47 ± 0.02 , 接近预测值。结果表明, 该预测模型可用于赶黄草叶茶优化^[17]。

表 4 赶黄草叶茶感官综合评分的试验设计结果

Table 4 Experimental design results of sensory comprehensive score of PCP leaf tea

试验号	A/%	B/°C	C/min	Y 模糊数学 综合评分	试验号	A/%	B/°C	C/min	Y 模糊数学 综合评分
1	55.00	105.00	10.00	0.47	11	60.00	91.36	15.00	0.39
2	65.00	105.00	10.00	0.41	12	60.00	158.64	15.00	0.39
3	55.00	145.00	10.00	0.39	13	60.00	125.00	6.59	0.54
4	65.00	145.00	10.00	0.41	14	60.00	125.00	23.41	0.37
5	55.00	105.00	20.00	0.37	15	60.00	125.00	15.00	0.54
6	65.00	105.00	20.00	0.39	16	60.00	125.00	15.00	0.54
7	55.00	145.00	20.00	0.44	17	60.00	125.00	15.00	0.54
8	65.00	145.00	20.00	0.41	18	60.00	125.00	15.00	0.54
9	51.59	125.00	15.00	0.39	19	60.00	125.00	15.00	0.54
10	68.41	125.00	15.00	0.39	20	60.00	125.00	15.00	0.50

表 5 赶黄草叶茶感官综合评分的响应面分析

Table 5 Response surface analysis of sensory comprehensive score of PCP leaf tea

来源	平方和	DF	均方	F 值	P 值
模型	0.081	9	0.00902	9.47	0.0008
A-烘青水分	0.00018	1	0.00018	0.19	0.6704
B-初烘温度	0.00001	1	0.00001	0.01	0.9319
C-揉捻时间	0.00928	1	0.00928	9.74	0.0809
AB	0.00011	1	0.00011	0.12	0.7382
AC	0.00011	1	0.00011	0.12	0.7382
BC	0.00361	1	0.00361	3.79	0.0801
A^2	0.03500	1	0.03500	36.64	0.0001
B^2	0.03500	1	0.03500	36.64	0.0001
C^2	0.00991	1	0.00991	10.41	0.0091
残差	0.00952	10	0.00095		
失拟项	0.00819	5	0.00164	6.14	0.0340
纯误差	0.00133	5	0.00027		
总和	0.09100	19			

$$R^2=0.8950, R^2_{adj}=0.8006$$

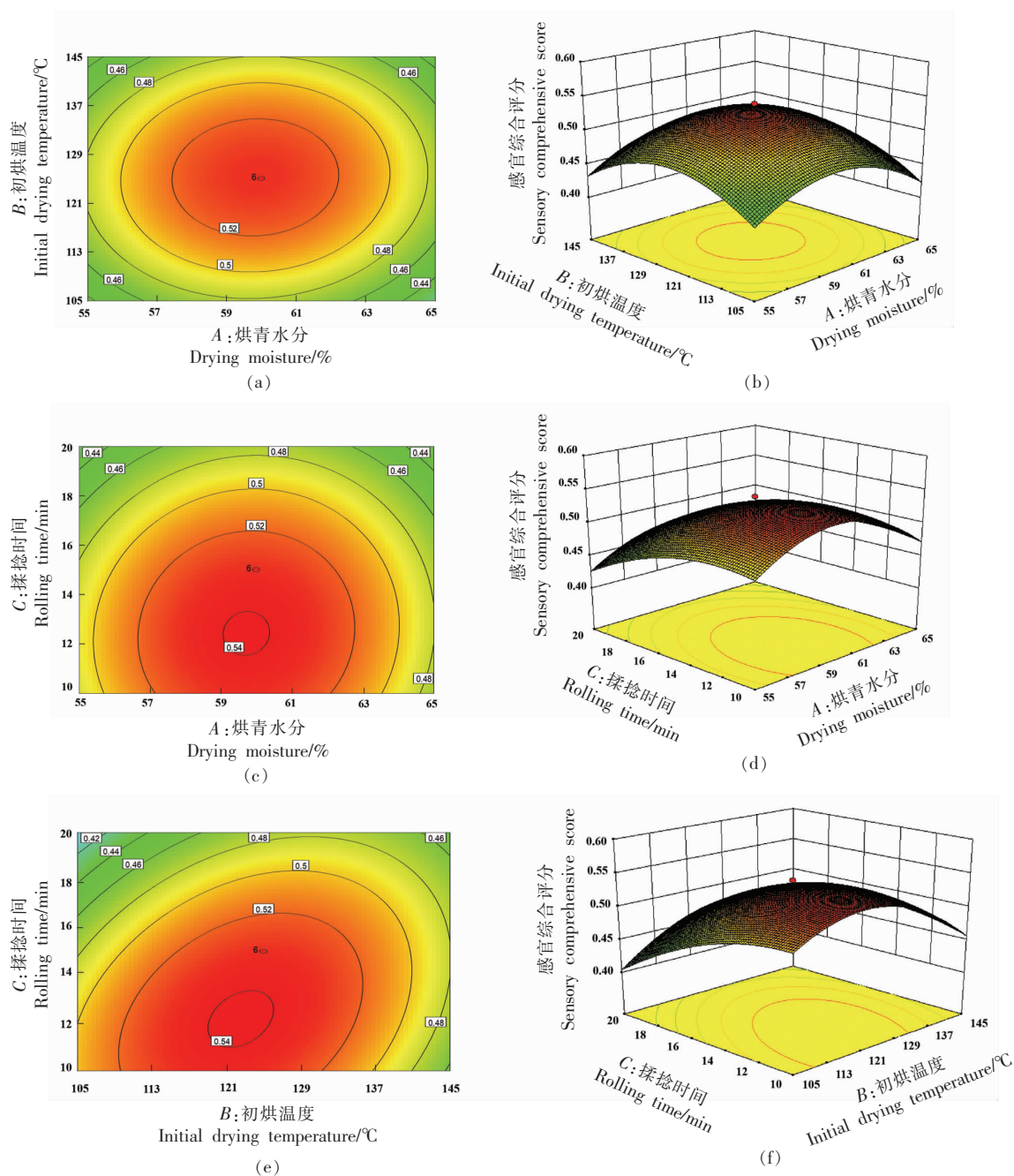


图3 赶黄草叶茶的感官综合评分的响应面图

Fig.3 Response surface diagram of the sensory comprehensive score of the PCP leaf tea

2.3 叶茶制备工艺对赶黄草茶汤中游离氨基酸含量的影响

游离氨基酸是重要的呈味物质^[18],可表现酸、甜、苦、鲜等多种风味^[19];也是许多风味物质的前体^[20-21];氨基酸在高温下还会与糖类物质进行美拉德反应,生成更复杂的风味成分^[22]。滋味活度值(Taste activity values, TAV)大于1的成分具有

味觉活性^[18]。

赶黄草叶及叶茶的泡饮物中均检测出13种游离氨基酸,如表6所示。其中8种为苦味氨基酸,包括异亮氨酸、亮氨酸、酪氨酸、苯丙氨酸、组氨酸、色氨酸、赖氨酸和精氨酸,在叶中其TAV值均小于1,而TVA总值为2.53,表明单一氨基酸对苦味贡献有限,叶茶中总溶出率降低了49.01%。3

种为鲜味氨基酸,包括天冬氨酸、天冬酰胺和谷氨酸,其中天冬氨酸和谷氨酸在叶和叶茶中的 TAV 值>1,均为鲜味贡献成分,叶茶中天冬氨酸含量降低了 33.4%,谷氨酸含量降低了 71.5%。2 种为甜味

氨基酸为苏氨酸和丙氨酸;丙氨酸在叶中的 TAV 值>1,为叶的甜味贡献成分,叶茶中丙氨酸含量降低了 62.5%,TAV 值<1。

表 6 赶黄草叶及其茶中游离氨基酸含量

Table 6 Content of free amino acids in PCP leaf and tea

化合物	呈味	阈值/mg·mL ⁻¹	叶原料/mg·g ⁻¹		叶茶/mg·g ⁻¹	
			茶汤	TAV	茶汤	TAV
异亮氨酸(Ile)	苦味	1.441	0.96	0.67	0.05	0.03
亮氨酸(Leu)	苦味	1.572	0.83	0.53	0.67	0.43
酪氨酸(Tyr)	苦味	0.905	0.20	0.22	0.50	0.55
苯丙氨酸(Phe)	苦味	9.570	1.01	0.11	0.28	0.03
组氨酸(His)	苦味	6.975	0.77	0.11	0.95	0.14
色氨酸(Trp)	苦味	89.760	1.84	0.02	0.57	0.01
赖氨酸(Lys)	苦味	1.168	0.96	0.82	0.09	0.08
精氨酸(Arg)	苦味	13.050	0.59	0.05	0.29	0.02
苏氨酸(Thr)	甜味	4.760	1.92	0.40	1.33	0.28
丙氨酸(Ala)	甜味	0.712	1.25	1.76	0.47	0.66
天冬氨酸(Asp)	鲜味	0.532	4.10	7.71	2.73	5.13
谷氨酸(Glu)	鲜味	0.441	37.4	84.81	10.64	24.13
天冬酰胺(Asn)	鲜味	6.650	3.30	0.50	2.20	0.33
氨基酸总含量	-	-	55.13	0.67	20.77	0.03

2.4 叶茶制备工艺对茶汤中没食子酸、黄酮溶出量的影响

没食子酸(阈值>0.14 mg/g 干重)为具有苦味和收敛感的典型物质。在赶黄草叶原料中,没食子酸含量为 13.99 mg/g 干重,如图 4 所示。其 TAV 值>1,为赶黄草叶中主要苦味物质。制茶后,没食子酸含量降低为 4.32 mg/g 干重($P<0.001$),与赶黄草叶茶茶汤苦味明显降低的感官品质变化相符。在杀青过程中,酚类物质发生氧化、热解、异构化或与其它物质聚合等反应^[24],茶汤中没食子酸溶出率下降,可能是制茶过程赶黄草叶茶苦味降低的重要原因。

黄酮类槲皮素、乔松素为赶黄草的主要功效成分,没有明显苦味^[25],其中槲皮素糖苷类化合物如槲皮素-3-*O*- α -*L*-吡喃阿拉伯糖苷、槲皮素-3-*O*- β -*D*-吡喃葡萄糖苷、芦丁等具有涩味^[25]。叶原料茶汤及叶茶茶汤中总黄酮、槲皮素和乔松素的含量如图 4 所示。叶原料茶汤中,总黄酮、槲皮素、

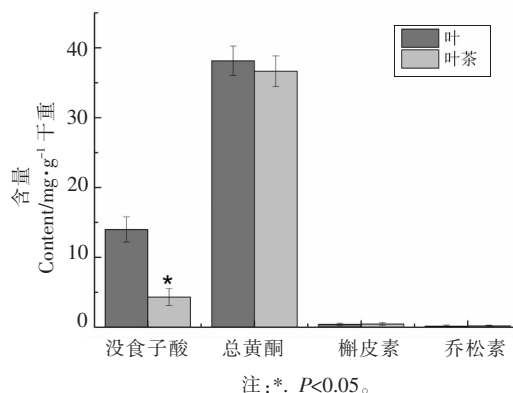


图 4 赶黄草叶及叶茶中总黄酮、槲皮素、乔松素及没食子酸含量

Fig.4 The total flavonoids, quercetin, pinocembrin and gallic acid in PCP leaf and tea

乔松素含量为 38.147,0.427,0.142 mg/g 干重;叶茶茶汤中,上述 3 种成分含量分别为 36.654,0.461,0.184 mg/g 干重,与叶原料相比无显著差异,说明文中所述赶黄草茶制备工艺对赶黄草叶主要功效成分溶出无明显影响。

2.5 特征性挥发成分

挥发性成分通过低的感官阈值来产生高度敏感的气味,是决定代用茶品质的重要因素^[15]。赶黄草叶原料及叶茶茶汤的挥发性成分及含量如表7所示。叶原料茶汤共检测到化合物27种,主要挥发性成分为醛类、酮类和酯类,其中醛类为首次发现,其它结果与冯长根等^[26]的研究一致。赶黄草叶茶茶汤中共检测出挥发性成分35种,其主要挥发性成分为醛类、酮类、酯类和醇类。

根据各挥发性成分的阈值和香气属性,计算其OAV值,OAV值>1即为有贡献的挥发性成分;OAV值>10为有重要贡献的挥发性成分^[18,23-25],其结果如表8所示。赶黄草叶原料茶汤中,OAV>10值的挥发性成分为2-己醛、(E,E)-2,4-庚二烯醛、反-2-,顺-6-壬二烯醛、癸醛、甲基庚烯酮、壬醛、月桂醛和苯乙酮,OAV值介于1~10之间的为苯甲醛。其中,反-2-,顺-6-壬二烯醛含量为5.91 $\mu\text{g/g}$,OAV值高达7 385.50,为赶黄草青草味的主要贡献成分;月桂醛含量为2.85 $\mu\text{g/g}$,OAV值高达5 247.01,呈橙油味,然而感官评价中未闻到橙

油香气,可能被青草味掩盖;苯乙酮含量为2.19 $\mu\text{g/g}$,OAV值为33.76,呈花香;壬醛含量为0.35 $\mu\text{g/g}$,OAV值为23.35,呈清香。综上,赶黄草叶原料茶汤以青草味、清香、花香为主体香气特征。

赶黄草叶茶茶汤中,OAV值>10的挥发性成分包括:(E,E)-2,4-庚二烯醛、反-2-,顺-6-壬二烯醛、癸醛、甲基庚烯酮、苯乙醛、苯乙酮、壬醛、 β -环柠檬醛、反式-2-壬醛、月桂醛;OAV值介于1~10之间的包括:橙花叔醇、苯甲醛。反-2-,顺-6-壬二烯醛和反式-2-壬醛浓度分别为3.10 $\mu\text{g/g}$ 和2.32 $\mu\text{g/g}$,均呈青草味,其OAV值之和为5 029.01,反-2-,顺-6-壬二烯醛为赶黄草青草味的主要贡献成分;月桂醛含量为1.24 $\mu\text{g/g}$,OAV值为3 586.48,呈橙油味,然而感官评价中未闻到橙油香气,可能被青草味掩盖; β -环柠檬醛含量为4.31 $\mu\text{g/g}$,其OAV值为862.53,呈清香;苯乙醛和苯乙酮含量分别为0.87 $\mu\text{g/g}$ 和1.99 $\mu\text{g/g}$,均呈花香,其OAV值之和127.27。上述研究结果表明,赶黄草叶在制茶后,青草味变淡,清香和花香香气增加。

表7 GC-MS/MS 香气成分分析表

Table 7 GC-MS/MS analysis of aroma components

序号	保留 时/min	化合物	化学式	分类	叶/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	叶茶/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	香味
1	8.253	2-己醛	$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}$	醛	0.41	-	青草味
2	12.441	苯甲醛	$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}$	醛	1.03	0.57	果香
3	13.401	甲基庚烯酮	$\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}$	酮	0.52	0.83	青草味
4	14.386	辛醛	$\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}$	醛	-	2.91	果香
5	14.454	(E,E)-2,4-庚二烯醛	$\text{C}_7\text{H}_{10}\text{O}$	醛	0.89	1.35	青草味
6	15.241	2-乙基己醇	$\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}$	醇	2.10	1.19	清香
7	15.791	苯乙醛	$\text{C}_8\text{H}_8\text{O}$	醛	-	0.87	花香
8	16.223	2-甲基-6-亚甲基-2-烯	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}$	烃	0.87	1.94	花香
9	16.761	苯乙酮	$\text{C}_8\text{H}_8\text{O}$	酮	2.19	1.99	花香
10	18.811	壬醛	$\text{C}_9\text{H}_{18}\text{O}$	醛	0.35	0.17	清香
11	19.418	β -环柠檬醛	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}$	醛	-	4.31	清香
12	21.279	反-2-,顺-6-壬二烯醛	$\text{C}_9\text{H}_{14}\text{O}$	醛	5.91	3.10	青草味
13	21.705	反式-2-壬醛	$\text{C}_9\text{H}_{16}\text{O}$	醛	-	2.32	青草味
14	22.319	十六醛	$\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}$	醛	-	1.80	-
15	22.841	4-萜烯醇	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$	醇	-	0.34	青草味
16	23.83	藏红花醛	$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$	醛	0.40	0.51	木香
17	24.398	癸醛	$\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}$	醛	0.27	0.16	青草味
18	25.989	双环[2.2.1]庚-2-烯,2,7,7-三甲基	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}$	烃	0.032	0.015	-

(续表7)

序号	保留 时/min	化合物	化学式	分类	叶/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	叶茶/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	香味
19	26.343	苜基丙酮	$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}$	酮	0.16	0.25	芳香
20	34.808	大马士酮	$\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}$	酮	-	1.77	玫瑰香
21	39.231	7Z-6,10-二甲基十一烯-5,9-二烯-2-酮	$\text{C}_{13}\text{H}_{22}\text{O}$	酮	0.17	0.30	青甜香
22	40.829	4-2,6,6-三甲基环己-1,3-二烯基-3-烯-2-酮	$\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}$	酮	1.40	1.89	青甜香
23	42.551	2,6-二叔丁基对甲酚	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{O}$	酚类	1.12	1.26	青甜香
24	42.887	2,4-二叔丁基苯酚	$\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}$	酚类	0.02	0.10	-
25	43.614	二氢猕猴桃内酯	$\text{C}_{11}\text{H}_{16}\text{O}_2$	酯	0.18	0.24	清香
26	45.751	橙花叔醇	$\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}$	醇	-	1.50	花香、苹果香
27	46.649	(E)- ψ -紫罗兰酮	$\text{C}_{13}\text{H}_{20}\text{O}$	酮	0.87	1.85	青草味
28	46.918	2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇二异丁酸酯	$\text{C}_{16}\text{H}_{30}\text{O}_4$	酯	1.11	1.52	-
29	51.106	正十六烷	$\text{C}_{16}\text{H}_{34}$	烃类	1.24	2.08	-
30	51.495	月桂醛	$\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}$	醛	2.85	1.24	橙油味
31	53.975	十八烷	$\text{C}_{18}\text{H}_{38}$	烃类	0.80	1.11	-
32	54.725	金合欢基乙醛	$\text{C}_{17}\text{H}_{28}\text{O}$	醛	6.02	2.75	辛香
33	55.362	邻苯二甲酸二异丁酯	$\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{O}_4$	酯	1.86	0.75	花香
34	58.419	棕榈酸乙酯	$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$	酯	-	2.36	无香味
35	58.581	正二十四烷	$\text{C}_{24}\text{H}_{50}$	烃类	-	1.41	-
36	59.968	棕榈醇	$\text{C}_{16}\text{H}_{34}\text{O}$	醇	0.70	1.62	玫瑰香

表8 挥发性成分 OAV 值和香气描述

Table 8 OAV value and aroma description of volatile components

化合物	分类	叶原料/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	OAV 值	叶茶/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	OAV 值	阈值/ $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$	香味
月桂醛	醛	2.85	5 247.01	1.24	3 586.48	0.00107	橙油味
苯甲醛	醛	1.03	3.44	0.57	1.90	0.30000	果香
苯乙醛	醛	-	-	0.87	96.67	0.00900	花香
苯乙酮	酮	2.19	33.76	1.99	30.60	0.06500	花香
橙花叔醇	醇	-	-	1.50	4.99	0.30000	花香
2-己醛	醛	0.41	91.31	/	/	0.00450	青草味
(E,E)-2,4-庚二烯醛	醛	0.89	15.83	1.35	24.18	0.05600	青草味
反-2-,顺-6-壬二烯醛	醛	5.91	7 385.50	3.10	3 870.40	0.00080	青草味
反式-2-壬醛	醛	-	-	2.32	1 158.61	0.00200	青草味
癸醛	醛	0.27	54.33	0.16	31.90	0.00500	青草味
甲基庚烯酮	酮	0.52	10.33	0.83	16.67	0.05000	青草味
2-乙基己醇	醇	2.10	0.31	1.19	0.18	6.70000	清香
壬醛	醛	0.35	23.35	0.17	11.16	0.01500	清香
β -环柠檬醛	醛	-	-	4.31	862.53	0.00500	清香
二氢猕猴桃内酯	酯	0.18	0.36	0.24	0.48	0.50000	清香
总计		16.70	12 865.55	19.84	9 696.76		

3 结论

本文以赶黄草叶为原料,采用响应面法优化得到赶黄草叶茶最佳工艺条件为:烘青水分60%,揉捻时间12 min,初烘温度124℃;没食子酸为赶黄草叶中主要苦味成分,采用该法制备赶黄草叶茶,可降低游离苦味氨基酸与没食子酸溶出总量,有效降低赶黄草叶泡饮茶汤的苦味;青草味、清香、花香为赶黄草叶主体香气特征,制茶工艺降低了青草味增加了清香和花香。该工艺在提高赶黄草叶茶感官品质的同时,对总黄酮、槲皮素和乔松素等功效成分的溶出无显著影响。

参 考 文 献

- [1] 何述敏,李敏,吴众,等. 扯根菜的研究进展[J]. 中草药, 2002, 33(6): 附5-附6.
HE S M, LI M, WU Z, et al. Research progress of *Penthorum chinense* Pursh[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2002, 33(6): Attachment 5-Attachment 6.
- [2] ZHAO W W, GUO W W, GUO J F, et al. Three new flavonoids from *Penthorum chinense* Pursh and their docking studies[J]. Natural Product Research, 2019(6): 1-8.
- [3] SUN Z L, ZHANG Y Z, ZHANG F, et al. Quality assessment of *Penthorum chinense* Pursh through multicomponent qualification and fingerprint, chemometric, and antihepatocarcinoma analyses [J]. Food Funct, 2018, 9(7): 3807-3814.
- [4] DING Q C, JIN Z, DONG J H, et al. Bioactivity evaluation of pinocembrin derivatives from *Penthorum chinense* Pursh stems[J]. Natural Product Communications, 2019, 14(9): 1934578X-1987589X.
- [5] LIN L M, ZHAO L J, DENG J, et al. Enzymatic extraction, purification, and characterization of polysaccharides from *Penthorum chinense* Pursh: Natural antioxidant and anti-inflammatory[J]. BioMed Research International, 2018, 2018: 1-13.
- [6] 张中贤,黄剑臻. 赶黄草水提取物利胆退黄作用的研究[J]. 热带医学杂志, 2008, 8(2): 125-127.
ZHANG Z X, HUANG J Z. Choloretic and jaundice-relieving effects of water extract from *Penthorum chinense* Pursh[J]. Journal of Tropical Medicine, 2008, 8(2): 125-127.
- [7] 李学林,吴子丹,刘瑞新,等. 口尝法评价中药汤剂苦味的研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(23): 11-13.
LI X L, WU Z D, LIU R X, et al. Study on bitterness evaluation on Chinese herbal decoction by THTPM [J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2011, 17(23): 11-13.
- [8] 周志帅,李娇,李洁芝,等. 模糊数学感官评价结合响应面法优化五香卤味即食豆杆调味配方[J]. 中国酿造, 2020, 39(6): 143-149.
ZHOU Z S, LI J, LI J Z, et al. Optimization of seasoning formula of spiced braised instant dried tofu by fussy evaluation combined with response surface methodology[J]. China Brewing, 2020, 39(6): 143-149.
- [9] 古明亮. 模糊数学方法在雅安藏茶感官审评中的应用[J]. 农产品加工, 2017(5): 67146.
GU M L. Application of fuzzy mathematics method in sensory assessment of Ya'an Tibetan tea[J]. Academic Periodical of Farm Products Processing, 2017(5): 67146.
- [10] 张明,王燕,欧阳梦云. 模糊数学感官评价法优化豆渣发酵工艺[J]. 中国酿造, 2015, 34(9): 75-78.
ZHANG M, WANG Y, OUYANG M Y. Optimization of okara fermentation technology by sensory evaluation of fuzzy mathematics method [J]. China Brewing, 2015, 34(9): 75-78.
- [11] 余昕,朱焯,向芬,等. 不同采收期赶黄草中总黄酮的含量测定[J]. 泸州医学院学报, 2010, 33(4): 370-372.
YU X, ZHU Y, XIANG F, et al. Determination of total flavones of penthorum at different harvest time [J]. Journal of Luzhou Medical College, 2010, 33(4): 370-372.
- [12] ABU-REIDAH I M, ALI-SHTAYEH M S, JAMOUS R M, et al. HPLC-DAD-ESI-MS/MS screening of bioactive components from *Rhus coriaria* L. (Sumac) fruits [J]. Food Chemistry, 2015, 166(166): 179.
- [13] 贺晓华,王小淞,曾建国,等. HPLC法测定赶黄草中槲皮苷、槲皮素和乔松素-7-O-葡萄糖苷[J]. 中草药, 2009, 40(6): 981-983.
HE X H, WANG X S, ZENG J G, et al. Determination of quercitrin, quercetin and pinocembrin-7-O-glucoside in *Penthorum chinense* Pursh by HPLC

- [J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2009, 40(6): 981-983.
- [14] 曹学娇, 兰亚琼, 徐为民, 等. 不同饮用水对惠明茶茶汤品质的影响[J]. 食品工业科技, (2020-08-04)[2020-10-21]. <https://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1759.TS.20200803.1541.008.html>.
- CAO X J, LAN Y Q, XU W M, et al. Influence of different brewing water on the quality of Huiming tea infusions[J]. Science and Technology of Food Industry, (2020-08-04)[2020-10-21]. <https://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1759.TS.20200803.1541.008.html>.
- [15] 徐春晖, 王远兴. 基于 GC-MS 结合化学计量学方法鉴别三种江西名茶[J]. 食品科学, 2020, 41(20): 141-150.
- XU C H, WANG Y X. Discrimination of three famous teas in Jiangxi using gas chromatography-mass spectrometry combined with chemometrics[J]. Food Science, 2020, 41(20): 141-150.
- [16] 王燕, 罗文谦, 张志琪. 响应表面优化法及其在天然产物成分提取中的应用[J]. 安康学院学报, 2009, 21(1): 77-81.
- WANG Y, LUO W Q, ZHANG Z Q. Response surface method and its application in natural product component extraction[J]. Journal of Ankang University, 2009, 21(1): 77-81.
- [17] 张艳军, 李靖, 张玉领, 等. 黄秋葵多糖缓冻协同微波提取工艺优化及其降血糖作用[J]. 食品工业科技, (2020-09-30)[2020-10-21]. <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2020050257>.
- ZHANG Y J, LI J, ZHANG Y L, et al. Optimization of polysaccharide from okra by slowfreezing-microwave assisted extraction method and its hypoglycemic activity[J]. Science and Technology of Food Industry, (2020-09-30)[2020-10-21]. <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2020050257>.
- [18] SCHARBERT S, HOLZMANN N, HOFMANN T. Identification of the astringent taste compounds in black tea infusions by combining instrumental analysis and human bioresponse[J]. Journal of Agricultural & Food Chemistry, 2004, 52(11): 3498-3508.
- [19] 龚自明, 王雪萍, 高士伟, 等. 湖北名优绿茶氨基酸组分分析[J]. 湖北农业科学, 2011, 50(21): 4419-4421.
- GONG Z M, WANG X P, GAO S W, et al. Analysis on amino acid of famous green teas in Hubei [J]. Hubei Agricultural Science, 2011, 50(21): 4419-4421.
- [20] 赵修报, 唐育岐, 刘天明. β -苯乙醇的研究进展[J]. 中国酿造, 2011, 30(8): 1-4.
- ZHAO X B, TANG Y Q, LIU T M. Research progress of β -phenylethanol[J]. China Brewing, 2011, 30(8): 1-4.
- [21] 王俊沪, 霍贵成. 干酪风味物质的生成[J]. 中国乳品工业, 2004, 32(12): 36-42.
- WANG J H, HUO G C. Production of flavor in cheese manufacturing[J]. China Dairy Industry, 2004, 32(12): 36-42.
- [22] 蔡妙颜, 肖凯军, 袁向华. 美拉德反应与食品工艺[J]. 食品工业科技, 2003(7): 90-93.
- CAI M Y, XIAO K J, YUAN X H. Maillard reaction and food technology[J]. Science and Technology of Food Industry, 2003(7): 90-93.
- [23] SCHARBERT S, HOFMANN T. Molecular definition of black tea taste by means of quantitative studies, taste reconstitution, and omission experiments [J]. Journal of Agricultural & Food Chemistry, 2005, 53(13): 5377-5384.
- [24] 辛董董, 李东霄, 张浩. 不同茶类制茶过程中的化学变化[J]. 食品研究与开发, 2020, 41(2): 216-224.
- XIN D D, LI D X, ZHANG H. Chemical changes of different kinds of tea during production[J]. Food Research and Development, 2020, 41(2): 216-224.
- [25] HAMILTON E I. Compilations of odour threshold values in air, water and other media[J]. Science of Total Environment, 1978, 9(3): 300-301.
- [26] 冯长根, 汪洪武, 任启生. 赶黄草挥发油化学成分的气相色谱-质谱分析[J]. 中国药学杂志, 2003, 38(5): 340-341.
- FENG C G, WANG H W, REN Q S. Analysis of the volatile components of *Penthorum chinense* by gas chromatography-mass spectrometry[J]. Chinese Pharmaceutical Journal, 2003, 38(5): 340-341.

Penthorum chinense Pursh Leaf Tea Preparation Technology and Its Influence on Flavor and Functional Ingredients Dissolution

Wang Xingyue¹, Yang Xiaoran¹, Zhang Zihan¹, Jia Lirong^{1,2}, Gao Hong^{1,2}, Duan Feixia^{1,2*}

(¹College of Biomass Science and Engineering, Sichuan University, Chengdu 610056

²The Key Laboratory of Food Science and Technology of Ministry of Education of Sichuan Province, Sichuan University, Chengdu 610056)

Abstract *Penthorum chinense* Pursh (PCP) is a functional new food material traditionally used as herbal substitutional tea, with strong bitterness and unpleasant smell. In the present work, the influence of PCP leaf tea processing on its sensory qualities were studied using response surface methodology (RSM) combined with Fuzzy Math Evaluation, and the optimized processing conditions were obtained as follows: baking moisture 60%, primary dry temperature 124 °C and rolling time 18 min. The results of amino acid composition analysis, UV-VIS and HPLC showed that the optimized processing decreased the contents of bitter amino acids in PCP leaf tea liquid and gallic acid, and gallic acid could be the main bitter taste ingredients in PCP leaf. HS-SPME and GC-MS investigation showed that PCP leaf showed the odor similar to green grass, orange oil, flowers and fresh scent, and the preparation of PCP leaf tea increased the fresh scent and flower fragrance of PCP leaf. Besides, the preparation of PCP leaf tea had no significant influence on the dissolution of the total flavonoids, quercetin and pinocembrin.

Keywords *Penthorum chinense* Pursh; substitutional tea; flavor; sensory; gallic acid; functional ingredients