

刘文静,傅建炜,何明燕. 福建 3 类陈年老茶有机酸组分及含量比较分析[J]. 江苏农业科学,2020,48(20):224-229.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2020.20.043

福建 3 类陈年老茶有机酸组分及含量比较分析

刘文静,傅建炜,何明燕

(福建省农业科学院农业质量标准与检测技术研究所/福建省农产品质量安全重点实验室,福建福州 350003)

摘要:采用反相高效液相色谱法分析比较乌龙茶、红茶和白茶的陈年老茶中有机酸的成分及含量。茶叶样品用纯水提取后利用 Titank C18 色谱柱进行分离,以磷酸盐缓冲液(pH 值为 2.40)–甲醇作为流动相,用二极管阵列检测器(波长 214 nm)进行检测,柱温为 30 ℃,流速为 0.8 mL/min。结果表明,10 种有机酸标准曲线相关系数均在 0.999 0 以上,平均回收率为 90.0%~96.5%,相对标准偏差 $\leq 2.1\%$ 。测得的有机酸中,10、5 年陈乌龙茶、红茶和白茶老茶中的马来酸含量均最低。10 年陈乌龙茶中含量最高的为苹果酸,红茶及白茶牡丹、白茶寿眉的奎尼酸含量最高,白茶贡眉中含量最高的为草酸。5 年陈乌龙茶中老枳水仙、大红袍的苹果酸含量最高,而金佛茶中酒石酸的含量最高,功夫红茶、白茶牡丹和白茶贡眉中含量最高的有机酸均为奎尼酸。研究还发现,在不同种类甚至同一种类不同品种的陈年老茶中,各种有机酸含量存在较大差异:在 10 年陈茶中,乌龙茶的草酸含量低于红茶、白茶,而在乌龙茶中,龙凤熟茶的马来酸含量明显高于其他 2 种乌龙茶,鸡纳酸含量相比最低;在 5 年陈茶中,乌龙茶的奎尼酸含量低于红茶、白茶,白茶中的牡丹除草酸含量略低外,其余 5 种有机酸含量均高于贡眉,其中马来酸、奎尼酸和酒石酸的含量差异在牡丹与贡眉间达极显著水平($P < 0.01$)。

关键词:反相高效液相色谱法;陈年老茶;有机酸组分;有机酸含量;回归分析

中图分类号: TS272.7 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2020)20-0224-05

茶是世界三大饮料之一,因其对人体具有一定的保健功效而深受推崇。明代顾元庆在《茶谱》中记述“人饮真茶能止渴、消食、除痰、少睡、利尿道、明目、益思、除烦、去腻,人固不可一日无茶”^[1]。由此可见,虽然古人对茶的成分并不了解,但他们已经认识到喝茶的好处及茶叶的药用价值。研究发现,茶叶中含有茶多酚、茶氨酸、多糖、有机酸等多种活性成分。目前,关于茶叶中茶多酚^[2-3]、茶氨酸^[4]、多糖^[5]等的报道较多,有机酸是茶叶品质成分的重要组分,在一些化学反应中常作为碳水化合物分解的中间产物,但是目前国内外关于茶叶中有机酸的分析 and 研究还不多^[6]。

有机酸是指含有 1 个或多个羧基基团的有机化

合物,包括芳香族有机酸与脂肪酸。目前,茶叶(汤)中已经发现的有机酸有 40 余种,其中茶汤中的有机酸有 10 余种^[7],主要有柠檬酸、绿原酸、草酸、抗坏血酸、阿魏酸及没食子酸等,约占茶叶中干物质含量的 3%^[8]。有机酸参与茶树的新陈代谢,是茶叶化学品质的主要成分之一^[9]。目前,已有关于不同品种茶叶(如红茶^[10]、茯砖茶^[11]、紧压茶^[12]、绿茶^[13]、白茶^[14]等)中有机酸检测的研究,但未见对存放时间较长的陈年老茶中有机酸含量及成分进行比较分析的报道。

在茶叶储藏的过程中,有机酸种类与含量的变化会对茶叶的香气和滋味产生不同程度的影响。在长时间存放的过程中,祁门红茶的酸类物质总量呈增加的态势,但是各有机酸组分含量均有所改变,如草酸、乙酸等物质的含量呈增加趋势,而柠檬酸含量下降至 0.29%,其含量的降低对茶汤滋味的影响较大^[15];在存储过程中,黑毛茶的各有机酸组分含量呈波浪状变化,无明显规律^[16]。由此可见,不同品种茶叶的陈年老茶有机酸含量具有一定差异,因此有必要对陈年老茶中的有机酸含量进行检测分析。

本研究以从福建省各茶叶店、超市及茶厂采购

收稿日期:2020-01-09

基金项目:福建省公益类项目(编号:2017R1018-1、2019R1022-1);福建省农业科学院农产品质量安全创新团队项目(编号:STIT2017-1-12)。

作者简介:刘文静(1982—),女,山东寿光人,硕士,助理研究员,主要从事农产品质量安全与检测技术研究。Tel:(0591)87869422;E-mail:411935637@qq.com。

通信作者:傅建炜,博士,研究员,主要从事农产品质量安全技术研究。Tel:(0591)87869422;E-mail:jianwei_fu@hotmail.com。

的陈年老茶为研究对象,综合前人对茶叶中有机酸含量测定方法的研究,建立反相高效液相色谱法测定老茶中有机酸组分的检测方法,比较分析红茶、白茶和乌龙茶等 3 个类型陈年老茶的有机酸含量,以期陈年老茶的品质分析提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

陈年老茶,购自福建省各茶叶店、超市及茶厂。

1.2 试验仪器

Waters e2695 型高效液相色谱仪,购自美国 Waters 公司;Waters 2998 二极管阵列检测器,购自美国 Waters 公司;Empower 色谱工作站,购自美国 Waters 公司;Millipore Direct-Q5 超纯水仪,购自美国 Millipore 公司;KQ5200DV 超声波清洗器,购自昆山市超声仪器有限公司;TDL-5-A 离心机,购自上海安亭科学仪器厂;HD-2500 多管旋涡混合器,购自杭州佑宁仪器有限公司;pH 计,购自上海埃依琪实业有限公司;微量可调移液器,购自德国 Eppendorf 公司。

1.3 试剂及配制

1.3.1 试剂 磷酸(分析纯),购自西陇化工股份有限公司;磷酸二氢钾(分析纯),购自西陇化工股份有限公司;纯度为 98% 的草酸、酒石酸、苹果酸、柠檬酸、鸡纳酸、乙酸、乳酸、马来酸、琥珀酸、奎尼酸等,均购自上海康朗生物科技有限公司。试验用水用 Millipore Direct-Q5 超纯水仪制备。

1.3.2 溶液的配制 0.04 mol/L $\text{KH}_2\text{PO}_4 - \text{H}_3\text{PO}_4$ 缓冲溶液:称取 5.44 g KH_2PO_4 ,用超纯水溶解并定容至 1 000 mL,用 85% 磷酸溶液调节 pH 值至 2.40,用 0.45 μm 孔径的水相滤膜过滤,用超声波脱气 1 min。

有机酸标准溶液的配制:准确称取马来酸、草酸、酒石酸、苹果酸、柠檬酸、琥珀酸、奎尼酸、鸡纳酸,分别置于 10 mL 棕色容量瓶中,用超纯水溶解并定容,分别配制成质量浓度为 5.42、5.01、5.03、5.40、5.30、5.03、2.06、5.07 mg/mL 的标准储备液;称取乙酸、乳酸各 5.00 g,分别置于 50 mL 棕色容量瓶中,用超纯水溶解并定容,配制成质量浓度为 100 mg/mL 的标准储备液。将上述溶液稀释成不同浓度,检测并绘制各种有机酸的标准曲线,以峰面积对浓度进行线性回归分析。

1.4 色谱条件

色谱柱型号为 Titank C_{18} 柱,4.6 mm \times 250 mm,

5 μm ;流动相:0.04 mol/L $\text{KH}_2\text{PO}_4 - \text{H}_3\text{PO}_4$ 缓冲溶液,pH 值为 2.40,流速为 0.8 mL/min,柱温为 30 $^{\circ}\text{C}$,进样量为 10 μL ;检测器为 2998 PDA Dedector 紫外检测器,检测波长为 214 nm。

1.5 样品处理

将茶叶磨成粉状后称取 2.00 g 置于 50 mL 离心管中,用超纯水定容至 30 mL,涡旋处理 1 min,超声提取 30 min,5 000 r/min 高速离心 10 min。取滤液,过 0.45 μm 孔径的滤膜,进样体积为 10 μL 。

1.6 回收率、精密度的测定

在已知有机酸含量的茶叶样品中添加 3 份不同质量浓度的有机酸混合标准液,每份质量浓度设 6 次平行,涡旋混匀 5 min 后,静置 10 min,按照“1.5”节中样品处理方法进行处理后,再按照“1.4”节中的色谱条件进行分析,计算 10 种有机酸的加标回收率和精密度。

2 结果与分析

2.1 有机酸标准品的色谱分析及回归分析

如图 1 所示,10 种有机酸标准品在色谱分离过程中均表现出较好的峰型。

分别用各成分的峰面积(y)对应各标准工作液的质量浓度(x , $\mu\text{g/mL}$)绘制标准曲线,回归方程、相关系数见表 1。由表 1 可以看出,8 种有机酸标准品在线性范围内均有较好的拟合程度。

2.2 精密度与回收率

由表 2 可知,10 种有机酸在不同质量浓度添加水平下的平均回收率均高于 90.0%,并且除了鸡纳酸添加质量浓度为 2 $\mu\text{g/mL}$ 时的相对标准偏差(RSD)为 2.1%外,其他 RSD 均在 2.0% 以下,说明该方法具有较高的准确度与精密度,符合分析要求。

2.3 10 年陈茶中有机酸含量的测定结果

由表 3 可以看出,各个品种陈茶中均未检出乙酸、乳酸、柠檬酸、琥珀酸;在测得的 6 种有机酸中,马来酸含量均最低;在 3 种乌龙茶中,含量最高的均为苹果酸;在红茶及白茶牡丹、白茶寿眉中,奎尼酸含量最高,在白茶贡眉中含量最高的为草酸。

对不同品种 10 年陈茶的有机酸含量进行比较可知,乌龙茶中的草酸含量低于红茶、白茶,与白茶中草酸含量相比差异极显著($P < 0.01$);在 3 种白茶中,贡眉的草酸含量最高(290.0 mg/100 g),与其余 2 种白茶相比差异极显著($P < 0.01$)。乌龙茶中龙凤熟茶的马来酸含量(10.5 mg/100 g)为所有样品

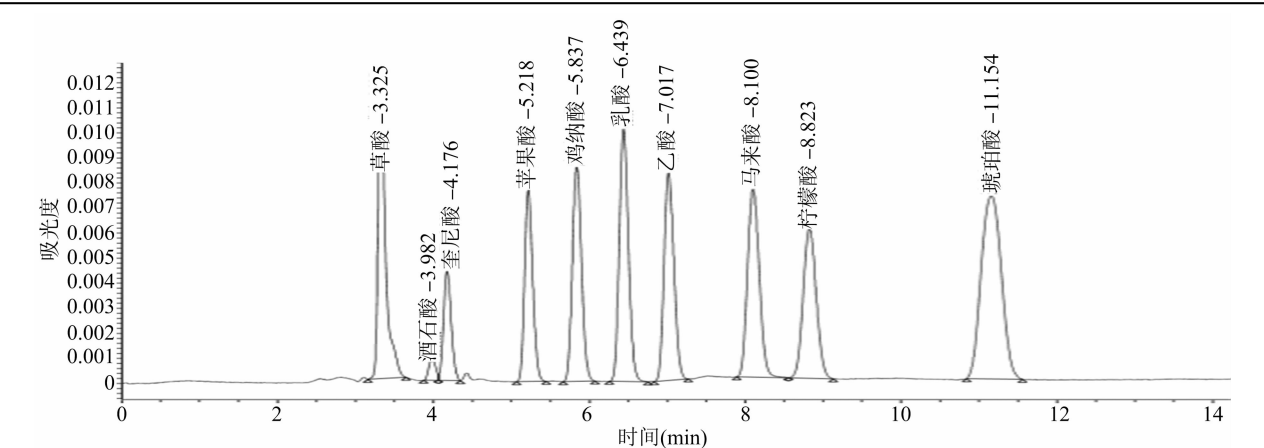


图1 各有机酸标准品的色谱分离结果

表 1 有机酸标准品的回归分析结果

有机酸种类	回归方程	相关系数	线性范围 ($\mu\text{g/mL}$)	检出限 ($\text{mg}/100\text{ g}$)
草酸	$y = 8.73 \times 10^3 x - 4.03 \times 10^3$	0.999 8	2.5 ~ 49.6	0.370
酒石酸	$y = 1.19 \times 10^3 x - 8.99 \times 10^1$	0.999 9	11.2 ~ 222.0	1.680
苹果酸	$y = 7.61 \times 10^2 x - 4.83 \times 10^3$	0.999 9	24.1 ~ 482.0	3.620
鸡纳酸	$y = 2.31 \times 10^4 x - 7.22 \times 10^3$	0.998 6	1.9 ~ 37.4	0.280
乳酸	$y = 3.44 \times 10^2 x + 1.74 \times 10^3$	0.999 9	24.0 ~ 600.4	3.600
乙酸	$y = 3.60 \times 10^2 x + 1.21 \times 10^3$	0.999 9	49.2 ~ 492.1	7.380
马来酸	$y = 7.87 \times 10^4 x + 4.61 \times 10^2$	0.999 9	0.2 ~ 4.9	0.037
柠檬酸	$y = 6.88 \times 10^2 x - 1.37 \times 10^2$	0.999 8	25.1 ~ 251.0	3.770
琥珀酸	$y = 6.66 \times 10^2 x - 7.48 \times 10^2$	0.999 9	49.5 ~ 497.0	7.420
奎尼酸	$y = 3.79 \times 10^2 x + 3.54 \times 10^2$	0.999 9	20.0 ~ 400.0	3.000

注: x 表示工作液的质量浓度($\mu\text{g/mL}$), y 表示峰面积。

中最高,与其他样品差异极显著($P < 0.01$);功夫红茶中的马来酸含量最低($1.1\text{ mg}/100\text{ g}$),但与除龙凤熟茶外的几种茶叶相比,差异均未达极显著水平;3种白茶中的马来酸含量较为接近,为 $2.1 \sim 3.3\text{ mg}/100\text{ g}$ 。对不同品种茶叶中的鸡纳酸含量进行比较发现,乌龙茶中龙凤熟茶的鸡纳酸含量低于老枳水仙和金佛,差异极显著($P < 0.01$);3种白茶中的鸡纳酸含量极显著($P < 0.01$)低于功夫红茶、老枳水仙和金佛,而后三者之间的差异不显著,可见白茶相比于乌龙茶、红茶,其鸡纳酸含量较低。同类但不同品种的陈年老茶中的苹果酸含量表现出较大差异,乌龙茶中金佛的苹果酸含量($493.1\text{ mg}/100\text{ g}$)最高,其次为老枳水仙的苹果酸含量($292.8\text{ mg}/100\text{ g}$),龙凤熟茶的苹果酸含量($165.8\text{ mg}/100\text{ g}$)最低,它们之间的差异均达极显著水平($P < 0.01$);白茶中寿眉的苹果酸含量最高($304.6\text{ mg}/100\text{ g}$),与牡丹、贡眉相比差异显著

($P < 0.05$)或极显著($P < 0.01$);功夫红茶的苹果酸含量($348.7\text{ mg}/100\text{ g}$)仅次于乌龙茶中金佛的苹果酸含量,高于所有白茶的苹果酸含量。对茶叶样品中奎尼酸含量的检测结果表明,龙凤熟茶中的奎尼酸含量($46.5\text{ mg}/100\text{ g}$)远低于其他样品($P < 0.01$);功夫红茶中的奎尼酸含量最高($486.6\text{ mg}/100\text{ g}$),为龙凤熟茶的10倍以上。在3种乌龙茶中,老枳水仙的酒石酸含量最低($31.9\text{ mg}/100\text{ g}$),与白茶贡眉($33.2\text{ mg}/100\text{ g}$)相当,而其余2种乌龙茶(龙凤熟茶和金佛)中的酒石酸含量接近,分别为 152.6 、 $152.3\text{ mg}/100\text{ g}$,远高于其他茶叶样品中的酒石酸含量($P < 0.01$);白茶牡丹、寿眉和功夫红茶的酒石酸含量差异不显著。

2.4 5年陈茶中有机酸含量的测定结果

由表4可知,与10年陈茶一致,在所有茶叶样品中均未检出乙酸、乳酸、柠檬酸、琥珀酸;在检出的6种有机酸中,马来酸含量均最低;在各茶叶品种

中,5 年陈茶中含量最高的有机酸与 10 年陈茶中略有不同。在乌龙茶中,老枳水仙、大红袍的苹果酸含量最高;而在 2 种金佛茶中,酒石酸含量最高;在功夫红茶、牡丹、贡眉中,含量最高的均为奎尼酸。

表 2 本试验方法的加标回收率与精密度试验结果($n=6$)

有机酸种类	样品质量浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	添加质量浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	平均测定值 ($\mu\text{g/mL}$)	平均回收率(%)	RSD (%)
草酸	10.8	5	15.5	93.5	1.2
	10.8	10	20.2	93.9	0.8
	10.8	20	29.2	92.2	1.9
酒石酸	56.4	25	80.0	94.2	0.8
	56.4	50	103.0	93.1	0.7
	56.4	100	153.0	96.5	0.6
苹果酸	30.5	25	44.5	93.0	0.9
	30.5	30	58.7	93.9	1.1
	30.5	60	88.4	96.5	0.8
鸡纳酸	1.12	0.50	1.58	93.0	0.3
	1.12	1.00	2.07	95.0	0.9
	1.12	2.00	3.03	95.5	2.1
奎尼酸	101	50	148.0	94.1	0.5
	101	100	195.0	94.0	0.5
	101	200	290.0	94.4	0.6
乳酸	101	50	147.0	92.8	0.4
	101	100	196.0	94.8	0.3
	101	200	291.0	95.0	0.3
乙酸	49.7	30	72.3	90.0	1.4
	49.7	60	96.5	93.6	0.5
	49.7	120	144.0	94.1	0.5
马来酸	1.32	0.50	1.78	91.3	0.5
	1.32	1.00	2.25	92.5	0.5
	1.32	2.00	3.22	94.8	0.6
柠檬酸	46.1	25	69.0	91.7	0.5
	46.1	50	92.4	92.6	0.6
	46.1	100	139.0	92.6	0.7
琥珀酸	55.1	25	78.3	92.8	0.6
	55.1	50	102.0	91.9	0.6
	55.1	100	149.0	94.2	0.5

对不同品种 5 年陈茶的有机酸含量比较可知,乌龙茶中的金佛(散茶)、金佛(茶饼)和大红袍的草酸含量较低,相比含量最高的 2 种白茶(牡丹、贡眉),草酸含量的差异达极显著水平($P<0.01$);在乌龙茶中,老枳水仙的草酸含量也低于其他 2 种白茶,差异显著($P<0.05$)。在功夫红茶中,马来酸含量($0.7\text{ mg}/100\text{ g}$)最低,而白茶中牡丹的马来酸含量最高($10.2\text{ mg}/100\text{ g}$),与其他样品相比差异均极

显著($P<0.01$)。

功夫红茶的鸡纳酸含量($56.6\text{ mg}/100\text{ g}$)极显著高于其他茶叶样品($P<0.01$);白茶中的鸡纳酸含量较低,极显著低于乌龙茶老枳水仙和大红袍($P<0.01$),但与乌龙茶金佛(散茶)、金佛(茶饼)间的差异不显著。金佛(茶饼)中的苹果酸含量最低,其余样品中的苹果酸含量略有差异,但差异未达极显著水平。功夫红茶中的奎尼酸含量最高($557.8\text{ mg}/100\text{ g}$),其次为白茶牡丹($474.9\text{ mg}/100\text{ g}$),二者的奎尼酸含量均极显著高于乌龙茶($P<0.01$);乌龙茶中金佛(散茶)、金佛(茶饼)和大红袍的酒石酸含量则极显著高于红茶和白茶($P<0.01$)。

3 讨论与结论

目前关于茶叶中有机酸的研究相对较少,本研究综合前人对茶叶中有机酸含量测定方法的研究,建立了测定 5、10 年陈茶中有机酸含量的反相高效液相色谱法。结果显示,检测获得的各类有机酸标准品具有较高的分离度,线性回归方程的相关系数均 >0.999 ,回收率在 90.0% 及以上,且 $RSD\leq 2.1\%$,说明该方法具有较好的回收率及精密度。由于茶叶复杂的成分对有机酸测定具有较大干扰作用,因而用本试验中的方法未能定量检测出茶叶中的琥珀酸、乙酸、柠檬酸和乳酸。

制茶工艺对茶叶中的有机酸含量具有一定影响。谢旻皓等研究发现,发酵体系中的微生物对于提高有机酸代谢产物含量具有一定作用^[17];屠幼英等研究发现,经微生物发酵的茶叶中的总有机酸量大于非发酵茶^[18]。红茶属于全发酵茶,乌龙茶属于半发酵茶,白茶属于微发酵茶,由此可以推测,茶叶中有机酸含量的差异可能与其工艺中的发酵过程有关。本研究通过检测发现,在不同种类甚至同一种类、不同处理的陈年老茶中,各种有机酸含量存在较大差异,10 年陈乌龙茶中的草酸含量低于红茶、白茶;此外,乌龙茶中龙凤熟茶的马来酸含量明显高于其他 2 种乌龙茶,而鸡纳酸含量相比最低。在 5 年陈老茶中,乌龙茶的奎尼酸含量相对低于红茶、白茶;白茶中的牡丹除草酸含量略低外,其余 5 种有机酸含量均高于贡眉,其中马来酸、奎尼酸和酒石酸含量的差异均达极显著水平($P<0.01$)。

茶叶在陈化过程中,部分大分子物质逐渐氧化、降解,一些小分子物质会聚合或氧化,各种色素

表 3 10 年陈茶叶样品中的有机酸含量 mg/100 g

有机酸种类	乌龙茶			红茶		白茶	
	龙凤熟茶	老枳水仙	金佛	功夫红茶	牡丹	贡眉	寿眉
草酸	85.9 ± 10.2dD	82.2 ± 5.4dD	115.0 ± 1.6cdCD	151.3 ± 23.6bcBC	185.7 ± 39.9bB	290.0 ± 42.7aA	180.1 ± 27.1bB
马来酸	10.5 ± 2.7aA	2.5 ± 1.0bcB	2.8 ± 0.1bB	1.1 ± 0.3cB	2.6 ± 0.7bcB	3.3 ± 1.2bB	2.1 ± 0.9bcB
鸡纳酸	15.2 ± 1.8bB	35.2 ± 3.5aA	30.4 ± 6.6aA	37.5 ± 10.9aA	8.4 ± 1.8bB	9.9 ± 0.6bB	14.8 ± 4.0bB
苹果酸	165.8 ± 30.1dD	292.8 ± 61.5bcBC	493.1 ± 36.6aA	348.7 ± 66.1bB	197.2 ± 38.0cdCD	176.0 ± 71.8dD	304.6 ± 47.3bBC
奎尼酸	46.5 ± 2.7eD	283.4 ± 36.4cdBC	390.0 ± 85.2abAB	486.6 ± 85.8aA	319.6 ± 60.9bcBC	188.5 ± 25.9dC	363.1 ± 59.5bcAB
酒石酸	152.6 ± 26.0aA	31.9 ± 13.2cC	152.3 ± 9.6aA	83.9 ± 10.2bB	68.9 ± 15.3bB	33.2 ± 5.9cC	68.3 ± 7.9bB
琥珀酸	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
乙酸	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
柠檬酸	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
乳酸	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

注:数据为平均值 ± 标准差,同行数据后不同小写字母表示差异显著($P < 0.05$),不同大写字母表示差异极显著($P < 0.01$),ND 表示未检出。表 4 同。

表 4 5 年陈茶叶样品中的有机酸含量 mg/100 g

有机酸种类	乌龙茶			红茶		白茶	
	老枳水仙	金佛(散茶)	金佛(茶饼)	大红袍	功夫红茶	牡丹	贡眉
草酸	170.9 ± 23.6bBC	91.2 ± 8.4cE	87.0 ± 12.5cE	110.6 ± 23.2cDE	144.0 ± 13.5bCD	207.0 ± 24.0aAB	219.9 ± 19.2aA
马来酸	4.5 ± 0.6bB	3.5 ± 0.3bcBC	3.7 ± 1.0bcBC	2.8 ± 0.6cC	0.7 ± 0.2dD	10.2 ± 0.8aA	3.1 ± 0.5cBC
鸡纳酸	38.0 ± 1.9bB	24.6 ± 1.2cC	17.5 ± 1.5cD	40.5 ± 2.5bB	56.6 ± 14.5aA	17.7 ± 1.5cD	9.4 ± 1.7cdCD
苹果酸	286.9 ± 22.5aA	189.7 ± 41.9bcAB	116.0 ± 15.4cB	256.0 ± 19.5abA	296.5 ± 102.8aA	216.6 ± 24.5abAB	192.6 ± 55.7bcAB
奎尼酸	162.0 ± 15.5bcBC	149.9 ± 42.3bcBC	153.6 ± 64.6bcBC	61.8 ± 19.9cC	557.8 ± 106.7aA	474.9 ± 93.7aA	236.2 ± 65.2bB
酒石酸	128.5 ± 10.6cB	286.4 ± 43.1aA	234.9 ± 31.4bA	253.7 ± 7.8abA	122.7 ± 14.9cB	154.4 ± 21.1cB	45.4 ± 23.0dC
琥珀酸	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
乙酸	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
柠檬酸	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
乳酸	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

物质和呈味物质产生重组,从而表现出与新茶不同的感官品质^[19]。刘盼盼等研究不同叶位、不同品种和不同种类茶叶中的有机酸含量发现,有机酸含量随着鲜叶嫩度的下降而降低^[8];赵和涛研究发现,红茶经过萎凋、揉捻、发酵等加工工序后,有机酸总量呈增长趋势,直至干燥时才有所降低^[20]。谢娇枚等对祁门红茶进行品质分析发现,在长时间的存放过程中,祁门红茶的酸类物质总量明显增加,但是各有有机酸组分含量均有所改变^[15]。本研究通过检测 5、10 年陈茶中的有机酸,未发现有机酸含量与贮藏年份的相关性,推测其原因,主要由于检测的 2 种年份的茶不是同一批次贮藏的,同时部分茶叶样品在贮藏过程中经过了复焙,因此随贮藏年份变化,有机酸含量未发现明显的变化规律。

茶叶陈化后的品质表现与原料品质、环境条件

及贮存时间等多方面的因素有关^[21],国内关于对茶叶陈化机制的研究还很有限,需要大量试验与分析来验证陈年老茶越陈越香的确切标准。有机酸作为茶叶重要的成分之一,对其定性与定量分析是陈年老茶品质调控必不可少的内容,具有重要意义。

参考文献:

[1] 刘 欠,刘雅璇,肖 娟,等. 茶叶美容护肤作用机制及应用研究进展[J]. 中国医药导报,2018,15(33):40-42.
[2] Yang C S,Li G,Yang Z,et al. Cancer prevention by tocopherols and tea polyphenols [J]. Cancer Letters,2013,334(1):79-85.
[3] 杨金伟,杨 斌. 茶多酚提取工艺影响因素探究[J]. 云南化工,2019,46(3):108-109.
[4] 龙成梅,曾承露. 超声波提取都匀毛尖茶中茶氨酸的工艺研究[J]. 广州化工,2019,47(16):102-104.
[5] 宋林珍,朱丽云,高永生,等. 茶多糖的结构特征与降血糖活性[J]. 食品科学,2018,39(19):162-168.

李沁,夏菁,施蕊,等. 辣木叶低极性组分的分离纯化和 GC-MS 分析[J]. 江苏农业科学,2020,48(20):229-233.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2020.20.044

辣木叶低极性组分的分离纯化和 GC-MS 分析

李沁¹,夏菁²,施蕊²,张静美³,赵一鹤¹

(1. 云南省林业和草原科学院/国家林业局经济林产品质量检验检测中心(昆明),云南昆明 650021;

2. 西南林业大学轻工与食品学院,云南昆明 650024; 3. 云南林业职业技术学院,云南昆明 650021)

摘要:为分析和鉴定辣木叶低极性成分的组成,采用硅胶层析柱、薄层色谱分析法以及重结晶等方法对辣木叶石油醚提取物进行分离纯化,再运用气质联用技术分析分离得到的结晶,质谱数据经数据库检索鉴定确定成分,并应用面积归一化法计算各成分的相对含量。结果表明,从辣木叶石油醚提取物中共分离纯化得到 3 个结晶,GC-MS 分析鉴定后得出 3 个物质,分别是棕榈酸甲酯、硬脂酸甲酯、 β -谷甾醇,这 3 种物质都具有较好的生物活性且在工业上得到广泛利用。结果可为今后辣木叶功能成分的研究和开发利用提供参考依据。

关键词:辣木叶;低极性成分;分离纯化;GC-MS 分析;棕榈酸甲酯;硬脂酸甲酯; β -谷甾醇

中图分类号:S184 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2020)20-0229-05

辣木(*Moringa oleifera* Lam.) 别称鼓槌树,为辣木科辣木属多年生乔木,该科仅有 1 个属 14 个种^[1]。目前所有品种中生长快、分布广且利用和研究最多的是辣木。早在古罗马时期就有种植和利

用辣木的记载,因辣木具有极强的环境适应能力,现已在亚洲、非洲和中美洲的 30 多个热带、亚热带国家和地区广泛种植^[2]。2012 年 11 月,我国卫生部已将辣木叶纳入新资源食品名录,2014 年 7 月,习近平总书记将辣木种子作为国礼赠送给古巴革命领导人菲德尔·卡斯特罗,这让更多的国人知道并开始了解这一神奇的植物。云南省是我国最早开展辣木引种种植及科学研究的地区,目前全国辣木种植面积约 4 000 hm²,其中云南省约 2 800 hm²,占全国种植面积的 70%,广西、福建、广东、重庆、湖南、海南等地也有种植^[3]。现代社会生活节奏加快,工作压力加大,随着人们健康意识的不断增强,

收稿日期:2019-11-13

基金项目:云南省应用基础研究计划青年项目(编号:2016FD098);

云南省创新人才培养对象(编号:2016HB005);云南省“云岭产业技术领军人才”项目[编号:云发改人事(2018)212 号]。

作者简介:李沁(1988—),女,云南玉溪人,硕士,助理研究员,主要从事植物化学及功能成分研究。E-mail:575742566@qq.com。

通信作者:赵一鹤,博士,研究员,主要从事特色经济林资源培育与开发利用研究。E-mail:kjzc123@163.com。

[6]何水平,郭春芳,孙云. 茶叶有机酸的研究进展[J]. 亚热带农业研究,2015,11(1):63-67.

[7]谭和平,叶善蓉,陈丽,等. 茶叶中有机酸的测试方法概述[J]. 中国测试技术,2008,34(6):77-80.

[8]刘盼盼,钟小玉,许勇泉,等. 茶叶中有机酸及其浸出特性研究[J]. 茶叶科学,2013,33(5):405-410.

[9]章剑扬,刘新,车金水,等. 快速溶剂萃取-离子色谱法测定茶叶中的有机酸[J]. 化学分析计量,2012,21(1):43-45.

[10]张静,蒋华军,刘仲华,等. 亲水性 C₁₈ 硅胶反相色谱柱同时分离测定红茶中的有机酸[J]. 食品安全质量检测学报,2014,5(8):2476-2481.

[11]袁玲,黄建安,龚志华,等. 茯砖茶有机酸反相高效液相色谱分析方法建立及其应用[J]. 中国农学通报,2011,27(30):246-252.

[12]丁玲,屠幼英,陈晓敏. 高效液相色谱测定紧压茶中有机酸条件研究[J]. 茶叶,2005,31(4):224-227.

[13]陆敏,张绍岩,于宏伟,等. 绿茶毛尖中有机酸的高效液相色谱分析[J]. 广东农业科学,2012,39(2):86-87.

[14]Marat T,张钊,屈艳勤,等. 白茶加工过程中有机酸组分含量分析[J]. 福建茶叶,2019(3):11-12

[15]谢娇枝,罗敏燕,刘易凡,等. 陈年祁门红茶品质分析[J]. 湖南农业科学,2012(11):100-102,105.

[16]谢娇枝. 黑毛茶存放过程中品质化学研究[D]. 长沙:湖南农业大学,2013.

[17]谢旻皓,王晴川,徐冬兰,等. 苦丁茶冬青苦丁茶提取物与 3,5-双咖啡酰奎尼酸对肠道微生物体外发酵的影响[J]. 食品科学,2015,36(17):124-129.

[18]屠幼英,梁慧玲,陈暄,等. 紧压茶儿茶素和有机酸的组成成分分析[J]. 茶叶,2002,28(1):22-24.

[19]湛滢,李适,刘仲华,等. 黑茶陈化机制研究进展[J]. 湖南农业科学,2016(12):118-122.

[20]赵和涛. 红茶加工中有机酸代谢及对茶叶香气形成的影响[J]. 茶叶通讯,1993(1):25-27.

[21]刘霞林. 茶叶陈化机理及保鲜技术研究进展[J]. 茶叶通讯,1998(4):24-26.