

静态超高压制备黑茶多糖铁及其体外消化特性

Dark tea polysaccharide-iron produced by ultra-high static pressure and its digestion properties *in vitro*

贾时荣¹ 何 洪¹ 安凤平^{1,2} 曾绍校^{1,2} 宋洪波^{1,2}

JIA Shi-rong¹ HE Hong¹ AN Feng-ping^{1,2} ZENG Sao-xiao^{1,2} SONG Hong-bo^{1,2}

(1. 福建农林大学食品科学学院, 福建 福州 350002;

2. 福建省特种淀粉品质科学与加工技术重点实验室, 福建 福州 350002)

(1. College of Food Science, Fujian Agriculture and Forestry University, Fuzhou, Fujian 350002,

China; 2. Fujian Provincial Key Laboratory of Quality Science and Processing Technology in Special Starch, Fuzhou, Fujian 350002, China)

摘要:目的: 针对传统加热法制备多糖铁费时、铁结合率较低等不足, 研究和优化静态超高压制备黑茶多糖铁工艺, 并明确其体外模拟消化特性。方法: 以黑茶中提取的茶多糖为原料, 采用静态超高压法制备黑茶多糖铁, 优化其制备工艺条件, 并考察其体外模拟消化过程中的稳定性和生物可利用性。结果: 压力、糖铁比和处理时间对制备的黑茶多糖铁中铁含量的影响呈非线性关系, 且具有二次作用和交互作用; 各因素对铁含量影响的大小顺序为糖铁比 > 处理时间 > 压力。黑茶多糖铁的最佳制备工艺为糖铁比($m_{\text{黑茶多糖}} : m_{\text{三氯化铁}}$) 1.7 : 1.0, 压力 425 MPa, 处理时间 22 min, 制得的黑茶多糖铁中铁质量分数为 16.78%。体外胃、肠模拟消化表明黑茶多糖铁较 FeSO_4 稳定性更好, 至消化结束可溶性铁含量高达 86.82%。结论: 静态超高压制备黑茶多糖铁效率高, 且制备的黑茶多糖铁具有较高的潜在生物利用度。

关键词: 黑茶; 超高压; 多糖铁; 制备; 体外消化

Abstract: **Objective:** Given the disadvantages of a traditional heating method for preparing polysaccharide-iron, such as long producing time and low iron binding rate, the aim was to optimize the preparation technology of dark tea polysaccharide-iron (DTPIC-HP) under ultra-high static pressure and investigate its digestion characteristics *in vitro*. **Methods:** DTPIC-HP was prepared by ultra-high static pressure with black tea polysaccharide as material. The preparation conditions were opti-

mized, and the stability and bioavailability *in vitro* were investigated. **Results:** The effects of pressure, the ratio of polysaccharide to iron and treatment time on the iron content in DTPIC-HP were non-linear, and quadratic and interactive effects were also found. The influential order of the factors on the iron content was as follows: ratio of polysaccharide to iron > treatment time > pressure. The optimized processing conditions were mass ratio of polysaccharide to iron of 1.7 : 1.0, pressure of 425 MPa and treatment time of 22 min. Under the control of these conditions, the iron content in DTPIC-HP was 16.78%. The gastric and intestinal simulated digestion *in vitro* showed that the stability of DTPIC-HP was higher than FeSO_4 , and its soluble iron content was 86.82% at the end of digestion. **Conclusion:** Ultra-high static pressure exhibited high efficiency for producing DTPIC-HP, which had good potential bioavailability.

Keywords: dark tea; static ultra-high pressure; polysaccharide-iron; preparation; digestion *in vitro*

缺铁可导致缺铁性贫血或功能障碍, 在所有年龄人群中都比较普遍^[1-2]。第三代补铁剂是以铁螯合物存在的新型补铁剂, 如多糖铁、多肽铁、氨基酸铁、血红素铁等, 具有副作用低、胃肠道刺激性小和生物利用度高的特点^[2-3], 因此成为新型补铁剂开发的重要方向。茶多糖 (Tea Polysaccharides) 是茶叶中一类具有生理活性的复合植物多糖, 因与蛋白质结合在一起, 又称为酸性糖蛋白^[4]。茶多糖分子中存在大量的活性基团如羟基和羧基, 使其具有良好的金属配位能力, 易与金属离子螯合形成稳定的复合物^[5]。近年来, 有关多糖铁的合成、表征和生物活性的研究促进了多糖铁在食品补铁剂领域中的应用^[6-7]。但有关黑茶多糖铁的制备及体外消化特性的研

基金项目: 福建省科技重大专项 (编号: 2018NZ0003-1); 福建农林大学科技创新专项 (编号: CXZX2019099)

作者简介: 贾时荣, 女, 福建农林大学在读硕士研究生。

通信作者: 安凤平 (1965—), 女, 福建农林大学副教授, 学士。

E-mail: pingfengan@163.com

收稿日期: 2021-03-20

究尚未见报道。

多糖铁的传统制备方法为加热法,操作简单、条件易于控制,但制备时间较长,且多糖铁的铁结合率较低。Zhang 等^[8]利用 DEAE 纤维素-52 柱层析法分离桑葚多糖得到 3 种多糖组分(MFP1、MFP2 和 MFP3),再与 FeCl₃ 溶液于 70 ℃ 反应 1 h 制备多糖铁螯合物。结果表明 MFP1-Fe、MFP2-Fe、MFP3-Fe 的铁含量分别为 2.99%、2.54%、4.90%。Wang 等^[9]以鲍鱼性腺的硫酸化多糖(AGSP)为原料,于 50 ℃ 水浴下与三价铁反应(4 h)制备 AGSP-Fe。结果表明 AGSP-Fe 的铁含量为 8.95%,模拟胃液中铁的释放量为 36.6%,而模拟肠液中游离铁的含量先下降后稳定。张喜峰等^[10]采用传统加热法(70 ℃ 处理 1 h)制备了螺旋藻多糖铁,其铁结合率为 16.42%,在 pH 6.8 的人工肠液中可溶性铁为 83.64%。静态超高压技术具有升压速度快、压力传递均匀的特点^[11],能够改变植物多糖、蛋白质、淀粉等大分子物质的非共价键结构,但不会破坏其共价键结构^[12],可形成更利于新物质合成的空间构型。目前,静态超高压技术已被应用于多糖和蛋白质等大分子的改性领域。种晓^[13]研究了静态超高压处理对复合蛋白抗菌膜性能的影响,发现超高压能够使蛋白质发生不同程度的解离和聚合,从而提高抗菌薄膜的机械性能。丁俭等^[14]采用超高压技术对大豆蛋白/可溶性多糖复合物进行改性,并研究了复合物对乳液形成的影响。结果表明超高压处理改变了蛋白质的二级结构,促进其与多糖分子键合,进而改善复合物在油-水界面的吸附和提高乳液的稳定性。此外,Guo 等^[15-16]利用静态超高压技术成功制备了莲子直链淀粉/脂肪酸复合物和莲子淀粉/茶多酚复合物。然而,关于静态超高压制备茶多糖铁的研究尚未见报道

研究拟以从黑茶中提取的茶多糖为原料,采用静态超高压法制备黑茶多糖铁,并对其制备工艺条件进行优化,探究其体外模拟消化过程中的稳定性和生物可利用性,旨在为黑茶多糖铁的高效制备和应用提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

黑茶:中茶湖南安化第一茶厂有限公司;

交联聚乙烯基吡咯烷酮(PVP-P)、铁标准溶液、胃蛋白酶(14 200 U)、胰酶(USP 级);上海阿拉丁生物科技有限公司;

透析袋:3 500 U,北京索莱宝科技有限公司;

无水乙醇、Na₃C₆H₅O₇·2H₂O、FeCl₃·6H₂O、NaOH、HCl、胆盐;分析纯,国药集团化学试剂有限公司。

1.2 主要仪器与设备

闪式提取仪:JHBE-20A 型,上海帆帜精密设备有限公司;

静态超高压机:5L-HPP600 MPa 型,包头科发高压科技有限责任公司;

电子分析天平:BSA224S 型,赛多利斯科学仪器有限公司;

冷冻离心机:TGL-16 型,四川蜀科仪器有限公司;

恒温水浴锅:HH-4 型,国华电器有限公司;

pH 计:PB-10 型,赛多利斯科学仪器有限公司;

紫外分光光度计:UV-1780 型,日本岛津公司。

1.3 试验方法

1.3.1 黑茶多糖提取 将黑茶粉碎,过 60 目筛。固液比($m_{\text{黑茶粉}} : V_{\text{溶剂}}$)1 : 55 (g/mL),闪式提取器电压 170 V、提取时间 107 s;3 500 r/min 离心 10 min,乙醇沉淀 10 h,净水复溶浓缩后冷冻干燥得黑茶粗多糖。取 15 g 粗多糖溶于 300 mL 水中,加入 3 g PVP-P 搅拌 10 min,3 500 r/min 离心 10 min,取上清液重复提取 3 次,浓缩后于 3 500 U 透析袋中透析 48 h,冷冻干燥得黑茶多糖。

1.3.2 黑茶多糖铁的制备 取 0.2 g 黑茶多糖溶于 10 mL 水中,加入 0.1 g 柠檬酸三钠,用 HCl 和 NaOH 调节 pH 至 8;再加入一定量浓度为 0.89 mmol/mL 的 FeCl₃ 溶液,装入塑料袋中密封,置于静态超高压机内腔中,以一定压力处理一定时间后,7 000 r/min 离心 10 min;收集上清液,加入 4 倍体积无水乙醇,醇沉 1 h,3 500 r/min 离心 10 min 后收集沉淀;沉淀加水复溶后用 3 500 U 透析袋透析 48 h,冷冻干燥得黑茶多糖铁复合物(DTPIC-HP)。

1.3.3 单因素试验

(1) 压力:固定处理时间 20 min、糖铁比($m_{\text{黑茶多糖}} : m_{\text{三氯化铁}}$)2 : 1,考察压力(200,300,400,500,600 MPa)对黑茶多糖铁中铁含量的影响。

(2) 处理时间:固定压力 400 MPa、糖铁比($m_{\text{黑茶多糖}} : m_{\text{三氯化铁}}$)2 : 1,考察处理时间(10,15,20,25,30 min)对黑茶多糖铁中铁含量的影响。

(3) 糖铁比:固定压力 400 MPa、处理时间 20 min,考察糖铁比($m_{\text{黑茶多糖}} : m_{\text{三氯化铁}}$)分别为 1 : 2,1 : 1,2 : 1,4 : 1,8 : 1)对黑茶多糖铁中铁含量的影响。

1.3.4 响应面优化试验 采用 Box-benhnken 中心组合试验设计,以黑茶多糖铁中铁含量为指标,以压力、处理时间和糖铁比为影响因素,进行三因素三水平响应面优化试验,优化黑茶多糖铁制备工艺。

1.3.5 黑茶多糖铁中铁含量测定 参照 Lu 等^[17]的方法稍作修改。取 0.01 g 样品溶于 50 mL 体积分数为 0.6% 的 HCl 溶液中;取 1 mL 待测液置于 25 mL 具塞试管中,依次加入 1 mL 体积分数为 5% 的 HCl 和 1 mL 质量分数为 10% 的盐酸羟胺溶液,室温反应 1 h;再加入 2 mL 质量分数为 0.15% 的邻菲罗啶和 5 mL 质量分数为 10% 的醋酸钠溶液,加入去离子水使溶液总体积为 25 mL,室温反

应 15 min,测定 510 nm 处吸光值,并采用标准曲线($Y=0.0084X-0.0048, R^2=0.9993$)计算溶液中铁离子浓度。按式(1)计算铁离子质量分数。

$$y = \frac{cv}{m} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

y ——铁离子质量分数, %;

c ——铁离子质量浓度, $\mu\text{g/mL}$;

v ——待测液体积, mL;

m ——样品质量, μg 。

1.3.6 体外模拟消化

(1) 模拟胃液消化:参照 Hu 等^[18]的方法稍作修改。将 2.0 g NaCl 和 1.6 g 胃蛋白酶溶于水,加入 8 mL HCl 溶液(1 mol/L),定容至 1 000 mL,用 5% 的 HCl 调整溶液 pH 为 2,制得模拟胃消化液。分别称取 25 mg DTPIC-HP 和 7.5 mg FeSO_4 溶于 250 mL 胃液中,调节 pH 为 2,37 °C 恒温水浴振荡,每间隔 25 min 取 2.5 mL 消化液,并补足相应体积胃液,总反应时间为 150 min。将取出的消化液 7 000 r/min 离心 10 min,收集上清液采用邻菲罗啉法测定,并按式(2)计算可溶性铁质量分数。

$$Y = \frac{F_1}{F_2} \times 100\%, \quad (2)$$

式中:

Y ——可溶性铁质量分数, %;

F_1 ——消化液中可溶性铁质量浓度, mg/mL ;

F_2 ——样品溶解于等量水中的铁质量浓度, mg/mL 。

(2) 模拟肠液消化:参照 Chen 等^[19]的方法稍作修改。取 1.7 g KH_2PO_4 、0.225 g NaCl、3 g 胆盐和 1 g 胰酶溶于 500 mL 水中,用 0.2 mol/L NaOH 调整 pH 为 7.6,制得模拟小肠消化液。分别将样品(25 mg DTPIC-HP 和 7.5 mg FeSO_4)溶于 250 mL 胃液,置于 37 °C 摇床中反应 1 h 后加入 50 mL 模拟小肠消化液,调整 pH 为 7.6 进行模拟小肠消化。间隔 25 min 取 2.5 mL 溶液,并补足相应体积的小肠消化液,总反应时间为 150 min。将取出的消化液以 7 000 r/min 离心 10 min,收集上清液采用邻菲罗啉法测定可溶性铁浓度。并按式(2)计算模拟肠液消化的可溶性铁质量分数。

1.4 数据处理

所有试验重复 3 次。采用 SPSS(17.0)软件,采用 One-way ANOVA 进行方差分析,邓肯法进行事后检验,字母不同表示差异显著($P<0.05$),结果以平均值 $\pm$ 标准差表示。采用 Excel 2010 进行数据误差分析,Prism 8.0 软件绘图。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 压力对铁含量的影响 由图 1 可知,压力对

DTPIC-HP 中铁含量具有显著性影响。随着压力的增大,DTPIC-HP 中铁含量显著升高,当压力为 400 MPa 时铁含量达到最大。多糖主要通过羟基和羧基与铁离子结合^[1]。压力越大,可为螯合反应提供更高的能量,增大了外部干预力^[12],也使多糖的空间构象发生改变,暴露出更多的羟基和羧基,从而增强了多糖与铁离子的结合。酸性多糖与金属离子结合过程中会形成类似“蛋箱”的环形结构,金属离子多被大分子包围^[20]。当制备压力过大时,多糖可能被过度降解或“蛋箱”结构被破坏,因此结合铁的能力显著降低。

2.1.2 处理时间对铁含量的影响 处理时间过短反应不充分,不利于多糖与铁离子结合。由图 2 可知,当处理时间为 10~20 min 时,DTPIC-HP 中铁含量随处理时间的增加而升高;继续增加处理时间,铁含量显著降低。说明充分的超高压作用时间是茶多糖与铁离子形成稳定的复合物所必须的;另一方面,长时间超高压处理导致多糖大分子被降解或结构被破坏^[20],限制了结合铁离子的能力。

2.1.3 糖铁比对铁含量的影响 由图 3 可知,糖铁比对 DTPIC-HP 中铁含量亦有显著影响。随着三氯化铁所占比例的增加,溶液中铁离子浓度增大,增大了铁离子与多糖中羟基等基团的作用机率,因此可增大茶多糖对铁离子的结合率。当溶液中铁离子浓度趋于饱和后,多糖螯

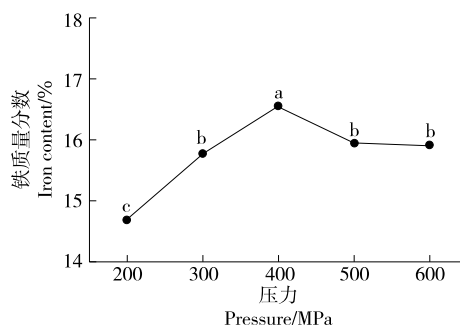


图 1 压力对 DTPIC-HP 中铁质量分数的影响

Figure 1 Effects of pressure on the iron content in DTPIC-HP

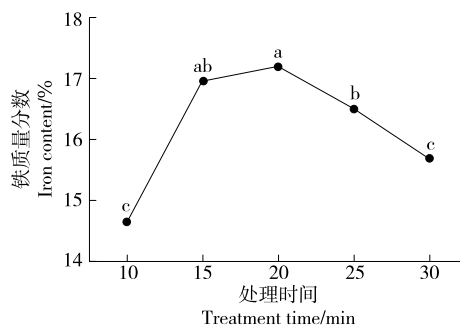


图 2 处理时间对 DTPIC-HP 中铁质量分数的影响

Figure 2 Effects of treatment time on the iron content in DTPIC-HP

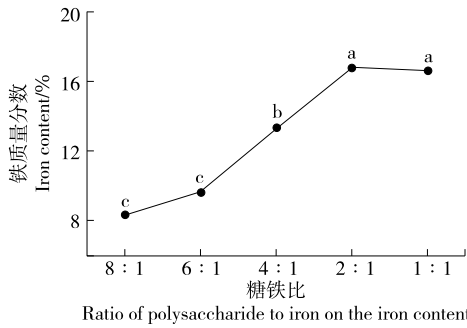


图 3 糖铁比对 DTPIC-HP 中铁质量分数的影响

Figure 3 Effects of the ratio of polysaccharide to iron on the iron content in DTPIC-HP

合铁离子能力亦达到极限^[21]。因此继续增加溶液中三氯化铁的比例,DTPIC-HP 中铁含量也不再变化。

2.2 响应面优化

2.2.1 回归模型的建立与方差分析 在单因素试验基础上,以黑茶多糖铁中铁质量分数为指标,以压力、处理时间和糖铁比为影响因素,进行三因素三水平响应面优化试验。试验因素与水平见表 1,试验设计及结果见表 2。

由软件可得各因素对黑茶多糖铁中铁质量分数的回归方程为:

$$y = 16.50 + 0.19A + 0.24B - 0.74C - 0.64AB - 0.39AC - 0.24BC - 0.79A^2 - 0.63B^2 - 1.30C^2$$
 (3)

由表 3 可知,模型 $P < 0.01$,表明该模型达到了极显著水平;失拟项 $P > 0.05$,表明试验无失拟项因素存在,进一步说明模型拟合度良好。模型相关系数 $R^2 = 0.976\ 4$,表明模型准确性较高; $R^2_{adj} = 0.946\ 0$,说明方程拟合度较高,失拟较小; $CV = 1.73\%$ 表明试验精度高。一次项 C 和二次项 A^2 、 B^2 、 C^2 均对黑茶多糖铁中铁含量影响极显著 ($P < 0.01$);一次项 B 和交互项 AB、AC 对黑茶多糖铁中铁含量影响显著 ($P < 0.05$),说明压力、处理时间、糖铁比 3 个因素对制备 DTPIC-HP 中铁含量的影响存在二次作用和交互作用。结合 F 值可知,各因素对黑茶多糖铁中铁含量影响的顺序为糖铁比>处理时间>压力。

2.2.2 响应面及等高线分析 由图 4 可知,当压力从 200 MPa 升高至 400 MPa 时,铁含量逐渐升高;继续升高压力铁含量则降低。当处理时间从 10 min 增加至 25 min 时,铁含量显著升高;进一步增加处理时间铁含量逐渐降低。压力和处理时间接近最优水平时铁含量的变化速率变缓,等高线图呈椭圆形说明压力和处理时间的交互作用对铁含量影响显著 ($P < 0.05$)。

由图 5 可知,当处理时间一定,压力从 200 MPa 升高至 400 MPa 时,铁含量快速增加;继续增大压力,铁含量快速降低。当糖铁比($m_{\text{黑茶多糖}} : m_{\text{三氯化铁}}$)从 1:2 升高至 2:1 时,铁含量显著升高;进一步增大糖铁比时铁含量明

表 1 响应面试验设计因素水平

Table 1 Response surface experimental designs and factor levels

水平	A 压力/MPa	B 处理时间/min	C 糖铁比
-1	200	10	1
0	400	20	2
1	600	30	3

表 2 DTPIC-HP 的响应面试验设计和结果

Table 2 Response surface experimental designs and the results of the iron content in DTPIC-HP

试验号	A	B	C	铁质量分数/%
1	0	0	0	16.75±1.05
2	1	0	-1	15.81±0.47
3	-1	0	-1	14.68±0.23
4	-1	-1	0	14.05±0.97
5	-1	0	1	13.80±0.14
6	0	1	1	13.97±1.97
7	0	0	0	16.04±0.30
8	1	-1	0	15.72±0.44
9	0	0	0	16.37±1.43
10	1	1	0	14.83±0.93
11	0	-1	-1	14.70±0.74
12	0	0	0	16.55±0.46
13	-1	1	0	15.73±1.87
14	0	-1	1	13.88±1.82
15	0	1	-1	15.74±1.22
16	1	0	1	13.38±1.57
17	0	0	0	16.82±0.11

表 3 模型的回归系数和方差分析[†]

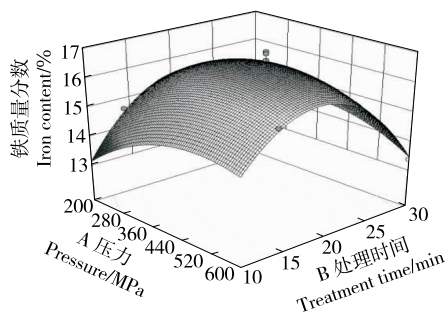
Table 3 Estimated regression coefficients and analysis of variance for the model

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	20.12	9	2.24	32.17	<0.000 1	**
A	0.27	1	0.27	3.95	0.087 1	
B	0.46	1	0.46	6.59	0.037 2	*
C	4.36	1	4.36	62.80	<0.000 1	**
AB	1.64	1	1.64	23.66	0.001 8	*
AC	0.61	1	0.61	8.71	0.021 4	*
BC	0.22	1	0.22	3.20	0.116 7	
A ²	2.61	1	2.61	37.55	0.000 5	**
B ²	1.68	1	1.68	24.17	0.001 7	**
C ²	7.09	1	7.09	102.07	<0.000 1	**
残差	0.49	7	0.07			
失拟项	0.08	3	0.03	0.26	0.849 8	
纯误差	0.41	4	0.10			
总误差	20.61	16				

[†] ** 表示极显著, $P < 0.01$; * 表示显著, $P < 0.05$ 。 $R^2 = 0.976\ 4$, $R^2_{adj} = 0.946\ 0$, $CV = 1.73\%$ 。

显下降。糖铁比和压力越接近最优水平等高线间距越大,说明铁含量接近峰值的速率变慢;等高线图呈椭圆形,说明糖铁比和压力的交互作用显著($P < 0.05$)。

由图 6 可知,在压力不变的条件下,当处理时间从 10 min 增加至 25 min 时,铁含量显著增加;进一步增加处理时间,铁含量降低。当糖铁比($m_{\text{黑茶多糖}} : m_{\text{三氯化铁}}$)从 1:2 升高至 2:1 时,铁含量显著增加;进一步增大糖铁比,铁含量开始降低。由等高线图可知,处理时间和糖铁比具有一定交互作用,但交互作用不显著。



(a) 响应面图

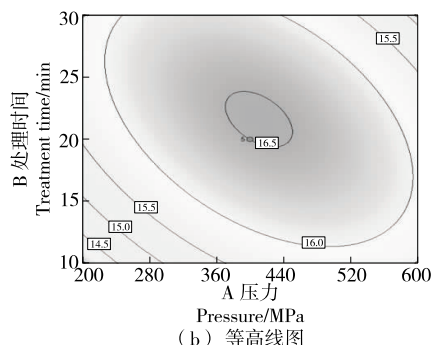
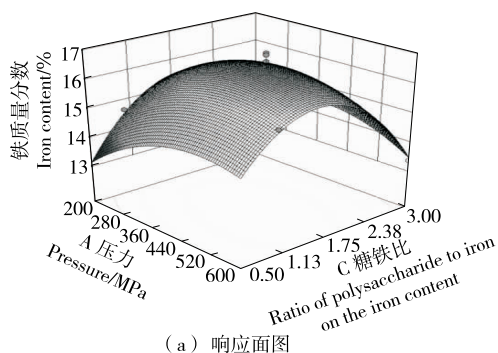


图 4 压力和处理时间的交互作用对 DTPIC-HP 铁质量分数的影响

Figure 4 Interactive effect of pressure and treatment time on the iron content in DTPIC-HP



(a) 响应面图

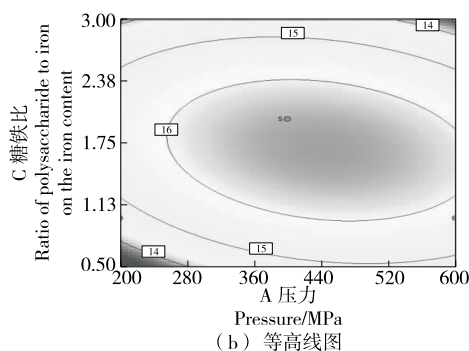
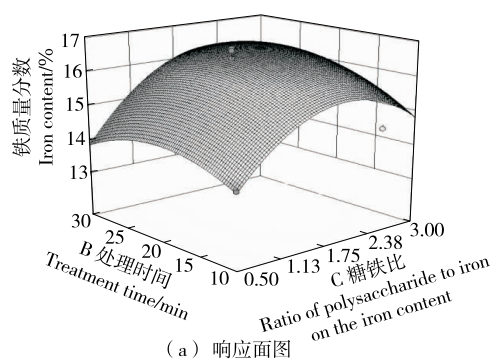


图 5 压力和糖铁比的交互作用对 DTPIC-HP 铁质量分数的影响

Figure 5 Interactive effect of pressure and the ratio of polysaccharide to iron on the iron content in DTPIC-HP



(a) 响应面图

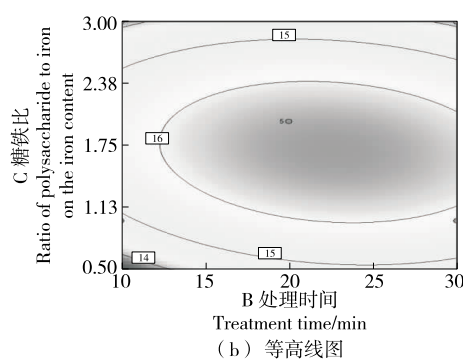


图 6 处理时间和糖铁比的交互作用对 DTPIC-HP 铁质量分数的影响

Figure 6 Interactive effect of the treatment time e and the ratio of polysaccharide to iron on the iron content in DTPIC-HP

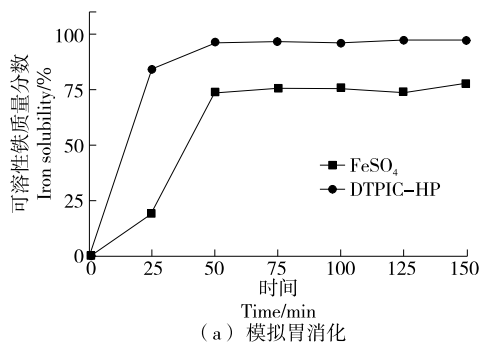
2.2.3 验证实验 应用 Design-Eexpert 8.0.6 软件得到黑茶多糖铁的最佳制备工艺为压力 424.01 MPa、处理时间 21.88 min、糖铁比($m_{\text{黑茶多糖}} : m_{\text{三氯化铁}}$)1.68:1.00,此时铁质量分数为 16.65%。考虑可操作性,将最佳工艺参数调整为压力 425 MPa、处理时间 22 min、糖铁比($m_{\text{黑茶多糖}} : m_{\text{三氯化铁}}$)1.7:1.0,此条件下制备的铁质量分数平均值为 $(16.78 \pm 0.40)\%$,与预测值接近,说明优化的超高压制备 DTPIC-HP 工艺可信。有研究^[22]表明,采用传统加热法(38 ℃)进行沙参多糖与三价铁的螯合,所需时间为 3 h,

铁质量分数为 15.61%。也有研究^[9]以硫酸化多糖为原料,与三价铁在 50℃ 下反应 4 h 制备硫酸化多糖铁,其铁质量分数为 8.95%。综上,试验优化的静态超高压制备黑茶多糖铁工艺具有高效、复合物中铁结合率高的优势。

2.3 体外模拟消化

铁在机体中主要的吸收部位为小肠^[23]。通常口服补铁剂进入小肠前会在胃中被胃酸和酶水解,部分铁离子被释放,其进入小肠后溶解度降低,很难被小肠上皮细胞吸收从而降低了生物利用度^[17,24]。因此,对铁补充剂在胃、肠消化液中可溶性铁含量的评估是判断其生物利用度的一个重要方法。

由图 7(a)可知,随着反应时间的增加,DTPIC-HP 和



FeSO₄中的可溶性铁质量分数均出现不同程度的增长,当反应时间为 25 min 时,DTPIC-HP 中的可溶性铁质量分数为 84.41%,FeSO₄中的可溶性铁质量分数仅为 19.27%;继续反应至 50 min,二者可溶性铁含量趋于最大值,其中 DTPIC-HP 中的铁几乎完全可溶,而 FeSO₄中可溶性铁质量分数为 77.98%。

由图 7(b)可知,反应初始 25 min,DTPIC-HP 和 FeSO₄中的可溶性铁质量分数先快速下降后趋于平稳。当反应时间为 25 min 时,DTPIC-HP 和 FeSO₄中的可溶性铁质量分数分别为 81.22%,18.27%;反应结束时,DTPIC-HP 中的可溶性铁质量分数为 86.82%,而 FeSO₄中的可溶性铁质量分数仅为 16.78%。

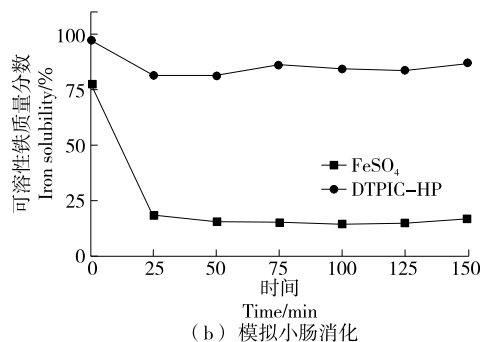


图 7 DTPIC-HP 和 FeSO₄体外模拟消化试验对比

Figure 7 Comparison of the simulated digestion experiment in vitro for DTPIC-HP and FeSO₄

综上,经胃、肠液消化后 DTPIC-HP 中的可溶性铁含量明显高于 FeSO₄中的。这是因为 FeSO₄在生理 pH (4.5~8.5)条件下易生成氢氧化铁沉淀^[25],且其主要在肠液消化阶段快速形成沉淀。而 DTPIC-HP 中仅有部分铁在胃液中被水解,在肠液中只有少量铁不溶解;另一方面,由于缓释作用,使得 DTPIC-HP 在肠液中反应至 75 min 时释放出更多的可溶性铁。DTPIC-HP 在胃、肠液中可溶性铁含量较高的原因可能是其分子量较高,不易被胃、肠液水解,因此具有更高的生物利用度。因此,相比传统加热法制备的多糖铁,静态超高压制备的黑茶多糖铁的生物利用率更好。

3 结论

试验表明,静态超高压可显著增强黑茶多糖与铁离子的螯合,且溶液中足够的铁离子浓度和充足的处理时间是黑茶多糖铁制备所必须的条件;但是过高的压力和过长的处理时间均不利于黑茶多糖铁的形成。各因素对黑茶多糖铁中铁含量影响的大小顺序为糖铁比>处理时间>压力。响应面优化的最佳静态超高压工艺条件为糖铁比($m_{\text{黑茶多糖}} : m_{\text{三氯化铁}}$)1.7 : 1.0,压力 425 MPa,处理时间 22 min,此时黑茶多糖铁中铁质量分数为 16.78%。黑茶多糖铁在体外模拟胃、肠液消化过程中均表现出良好的稳定性,至消化结束可溶性铁质量分数为 86.82%,其生物利用率明显高于无机铁补充剂 FeSO₄。黑茶多糖铁在体内的消化利用还有待进一步研究。

参考文献

- [1] HE Hong, AN Feng-ping, TENG Hui, et al. Preparation and characterisation of a novel agar oligosaccharide-iron (III) complex[J]. International Journal of Food Science and Technology, 2019, 54(1): 170-182.
- [2] HE Hong, HUANG Qun, LIU Can-can. Effectiveness of AOS-iron on iron deficiency anemia in rats[J]. RSC Advances, 2019, 9: 5 053-5 063.
- [3] GARCÍA Hernández Y, MOREJÓN Calderón A, BOURG Llamó V. Oxidative effect of severe iron deficiency anemia in male just-weaned Wistar rats[J]. Revista Cubana De Investigaciones Biomédicas, 2015, 34(1): 44-53.
- [4] 李邦玉, 张丽. 茶多糖的组成结构 提取 生理活性及其应用研究[J]. 农产品加工, 2020, 495(1): 66-70.
LI Bang-yu, ZHANG Li. Study on the composition extraction physiological activity and application of tea polysaccharide [J]. Farm Products Processing, 2020, 495(1): 66-70.
- [5] ZHANG Zhong-shan, WANG Xiao-mei, HAN Zhi-ping, et al. Physicochemical properties and inhibition effect on iron deficiency anemia of a novel polysaccharide-iron complex (LPPC) [J]. Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters, 2012, 22(1): 489-492.
- [6] TANG Min-min, WANG Dong-feng, HOU Yang-feng, et al. Preparation, characterization, bioavailability in vitro and in vivo of tea polysaccharides-iron complex[J]. European Food Research & Technology, 2013, 236(2): 341-350.
- [7] CHENG Chen, HUANG De-chun, ZHAO Li-yan, et al. Preparation

- and in vitro absorption studies of a novel polysaccharide-iron (III) complex from *Flammulina velutipes*[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2019, 132: 801-810.
- [8] ZHANG Jia-qí, CHEN Chun, FU Xiong. *Fructus mori* L. polysaccharide-iron chelates formed by self-embedding with iron(III) as the core exhibit good antioxidant activity[J]. *Food & Function*, 2019, 10: 1-28.
- [9] WANG Lin-lin, WANG Li-long, SU Chang-yu, et al. Characterization and digestion features of a novel polysaccharide-Fe(III) complex as an iron supplement[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2020, 249: 1-10.
- [10] 张喜峰, 崔晶, 王文琴, 等. 螺旋藻多糖铁(Ⅲ)配合物的制备、抗氧化及淋巴细胞增殖活性[J]. *精细化工*, 2019, 36(6): 1 097-1 103.
- ZHANG Xi-feng, CUI Jing, WANG Wen-qin, et al. Preparation, antioxidant and lymphocyte proliferation activities of spirulina polysaccharide Iron(Ⅲ) complex[J]. *Fine Chemicals*, 2019, 36(6): 1 097-1 103.
- [11] 张晶, 张美莉. 超高压处理对燕麦淀粉颗粒特性、热特性及流变学特性的影响[J]. *食品科学*, 2020, 41(23): 114-121.
- ZHANG Jing, ZHANG Mei-li. Effect of high hydrostatic pressure treatment on morphological, thermal and rheological properties of oat starch[J]. *Food Science*, 2020, 41(23): 114-121.
- [12] ZHU Zhen-yuan, LUO You, DONG Guo-ling, et al. Effects of the ultra-high pressure on structure and alpha-glucosidase inhibition of polysaccharide from *astragalus*[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2016, 87: 570-576.
- [13] 钟晓. 抗菌复合蛋白薄膜的静态超高压改性及其传质迁移研究[D]. 上海: 上海海洋大学, 2018: 28-32.
- ZHONG Xiao. Research on the modification and mass transfer of antibacterial composite protein film by static ultra-high pressure[D]. Shanghai: Shanghai Ocean University, 2018: 28-32.
- [14] 丁俭, 马文君, 毕爽, 等. 超高压改性大豆蛋白与可溶性多糖复合物对乳液形成及稳定性的影响[J]. *食品科学*, 2017(7): 96-101.
- DING Jian, MA Wen-jun, BI Shuang, et al. Effect of ultra-high pressure processing on the formation and stability of emulsions containing soy protein and soluble polysaccharide complexes[J]. *Food Science*, 2017(7): 96-101.
- [15] GUO Ze-bin, JIA Xiang-ze, MIAO Song, et al. Structural and thermal properties of amylose-fatty acid complexes prepared via high hydrostatic pressure[J]. *Food Chemistry*, 2018, 264(30): 172-179.
- [16] GUO Ze-bin, ZHAO Bei-bei, CHEN Jie, et al. Insight into the characterization and digestion of lotus seed starch-tea polyphenol complexes prepared under high hydrostatic pressure [J]. *Food Chemistry*, 2019, 297: 1-8.
- [17] LU Qi, XU Lei, MENG Yong-bin, et al. Preparation and characterization of a novel *astragalus membranaceus* polysaccharide-iron (III) complex[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2016, 93: 208-216.
- [18] HU Jie-lun, NIE Shao-ping, MIN Fang-fang, et al. Artificial simulated saliva, gastric and intestinal digestion of polysaccharide from the seeds of *Plantago asiatica* L.[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2013, 92(2): 1 143-1 150.
- [19] KONG Xiang-ru, ZHU Zhen-yuan, ZHANG Xiao-jing, et al. Effects of Cordyceps polysaccharides on pasting properties and in vitro starch digestibility of wheat starch[J]. *Food Hydrocolloids*, 2020, 102: 105604.
- [20] 王雪松, 方积年. 糖类的金属络合物[J]. *化学通报*, 2004(12): 883-890.
- WANG Xue-song, FANG Ji-nian. Sugar-metal complex[J]. *Chemistry*, 2004(12): 883-890.
- [21] 马利华, 秦卫东, 陈学红, 等. 金针菇多糖-Fe(Ⅱ)螯合物的制备及抗氧化活性[J]. *食品科学*, 2010, 31(20): 202-207.
- MA Li-hua, QIN Wei-dong, CHEN Xue-hong, et al. Preparation and antioxidant activity evaluation of flammulina velutipes polysaccharide-Fe(Ⅱ) chelate [J]. *Food Science*, 2010, 31(20): 202-207.
- [22] JING Yong-shuai, ZHANG Rui-juan, WU Lan-fang, et al. Structural characteristics and antioxidant activity of polysaccharide-iron complex from *Glehnia Radix*[J]. *International Journal of Food Properties*, 2020, 23(1): 894-907.
- [23] LUNDQUIST P, ARTURSSON P. Oral absorption of peptides and nanoparticles across the human intestine: Opportunities, limitations and studies in human tissues[J]. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 2016, 106: 256-276.
- [24] MERKOFER M, KISSNER R, HIDER R C, et al. Fenton chemistry and iron chelation under physiologically relevant conditions: Electrochemistry and kinetics [J]. *Chemical Research in Toxicology*, 2006, 19(10): 1 263-1 269.
- [25] LICHTENTHÄLER R, MARX F, KIND O. Determination of antioxidative capacities using an enhanced total oxidant scavenging capacity (TOSC) assay[J]. *European Food Research and Technology*, 2003, 216(2): 166-173.

信息窗

本刊入选中国期刊协会 优秀封面设计/优秀版式设计

为开展期刊装帧设计的交流,推动期刊出版“做强内容、做好传播、做优服务、做美产品、做大产业”,引领中国期刊高质量发展。2021年9月14—18日,北京国际图书博览会(BIBF)在北京召开。会议期间,由中国期刊协会与北京北大方正电子有限公司发起,开展了首届“方正电子”杯中国期刊设计艺术周活动。艺术周邀请期刊界及设计界专家,遴选出优秀封面设计/优秀版式设计的期刊。

《食品与机械》从众多优秀期刊中脱颖而出,入选本届“方正电子杯中国期刊设计艺术周”优秀封面设计/优秀版式设计期刊。在此,特别致谢本刊特聘设计总监王宏民老师。

《食品与机械》编辑部