

复合型沉淀剂提取茶多酚的研究

余兆祥 王筱平

(同济大学化学系, 上海 200092)

摘要 以低档绿茶为原料, 采用一种新的复合型金属离子沉淀剂提取茶多酚, 研究了沉淀分离的工艺条件, 使用高效液相色谱对产品进行了分析鉴定。

关键词 复合沉淀剂 茶多酚 提取

Abstract A new ion-coprecipitating agent was used to extract tea-polyphenols from a low quality tea. The condition of the precipitating separation was studied. The products were analyzed by high performance liquid chromatography.

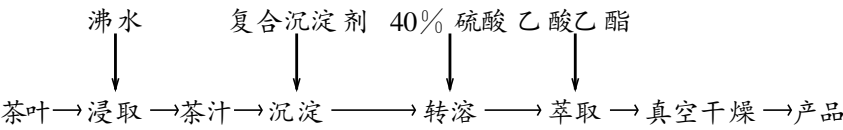
Key words coprecipitator; tea-polyphenols; extraction

目前茶多酚的提取方法主要有两种^[1]: 溶剂法和沉淀法。溶剂法需使用大量有机溶剂反复萃取, 毒性大, 产品安全性差, 生产成本低, 产品纯度低; 沉淀法利用茶多酚在一定条件下可以和某些无机盐形成沉淀来提取, 关键在于选择合适的沉淀剂。本文采用沉淀法, 使用了一种新的离子型复合沉淀剂, 用于提取劣质茶叶末中的茶多酚。该方法工艺简单、能耗低, 茶多酚的提取率和纯度均较高。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

茶叶 安徽青阳产低档绿茶末;



茶叶末采用沸水浸取获取茶汁, 在调整溶液中的 pH 后加入沉淀剂, 固相沉淀物经过分离, 加入 40% 的硫酸溶液, 破坏沉淀物, 将茶多酚转溶至溶液中, 利用乙酸乙酯萃取溶液中茶多酚, 经过真空干燥制取茶多酚产品。

1.3 茶多酚含量分析

采用酒石酸铁分光光度比色法^[2]。

1.4 茶多酚组成分析

采用高效液相色谱法。色谱分析条件: μ BondapakTM C18 柱, 流动相为: 冰醋酸: 乙腈: 二甲苯甲酰胺: 水 (3:1:16:80 vol%), 流速: 1.5ml/min, 紫外检测器波长: 280nm, 进样量 10 μ l, 样品浓度 1.3g/L。

2 结果与讨论

2.1 复合沉淀剂与单一沉淀剂的比较

左旋-表没食子儿茶素 (L-EGC)、左旋-表儿茶素没食子酸酯 (L-ECG) 以及儿茶素 (±) EC 购自 Fluka Chemical Co;

可溶性金属离子盐、乙醇、乙酸乙酯, 碳酸氢钠, 硫酸 均为分析纯。

800 型离心沉淀器; 2K-82A 型真空干燥箱; pH-2 型酸度计; 751G 型分光光度计; Waters 高压液相色谱仪, 使用 μ BondapakTM C18 柱, 配用 Waters 490E 紫外检测器。

1.2 工艺流程

从茶叶末中提取茶多酚的实验流程如下:

通常沉淀剂的研究是单一组分, 主要是含有: Mg^{2+} 、 Al^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Zn^{2+} 、 Ba^{2+} 等金属阳离子的无机盐类, 由于每种沉淀剂存在一定的适宜 pH 沉淀环境, 一般认为偏碱性的沉淀剂易诱发茶多酚的氧化, 因此 Zn^{2+} 、 Al^{3+} 沉淀剂被认为是较适宜的弱酸性环境的沉淀剂。研究中采用了 Zn^{2+} 、 Al^{3+} 复合型沉淀剂进行沉淀试验, 分别与 Zn^{2+} 、 Al^{3+} 单一型沉淀剂进行对比, 考察茶多酚完全沉淀的 pH 和提取率, 结果如表 1 所示。

表 1 不同沉淀剂的比较

沉淀剂	Zn^{2+} 盐	Al^{3+} 盐	$Zn^{2+} + Al^{3+}$ 盐
pH	5.0	5.8	5.7
提取率 (%)	9.6	9.3	10.5

结果表明, 复合型沉淀剂的提取率比单一沉淀剂

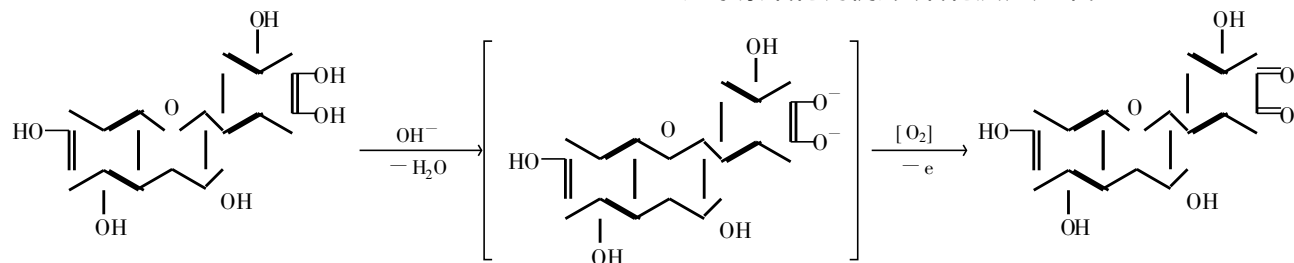
高约 1%，体现了复合沉淀剂效果较好。

2.2 复合沉淀剂用量对茶多酚提取率的影响

采用上述工艺流程，改变复合沉淀剂用量，可以明显看出复合沉淀剂对茶多酚提取率有明显的影响。图 1 表明，随复合沉淀剂用量的增加，茶多酚提取率明显提高。当 100g 茶叶末使用复合沉淀剂用量超过 14.8g 时，茶多酚提取率几乎不变化，所获得的茶多酚纯度在 96% 以上。

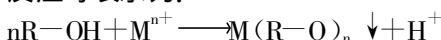
2.3 茶汁的 pH 对茶多酚提取率的影响

与上述实验条件相同，复合沉淀剂用量为 15g/

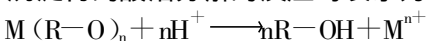


因此，当 pH 为 5.5~6.0 时，TP 沉淀操作的提取率最多。由此可以看出 pH 过低或过高均不利于沉淀操作。

100g 茶叶末，改变沉淀操作时的 pH，图 2 结果表明，pH 过低不利于茶多酚的提取，只有当 pH 控制在 5.5~6 时，茶多酚的收率才能达到最大。这是因为在中性或碱性溶液中，茶多酚易和金属离子生成沉淀；反应可表示为：



沉淀物的酸溶分解的反应可表示为：



但在碱性条件下，茶多酚特别容易氧化。以表没食子儿茶素氧化为例，其氧化反应如下：

长，茶多酚氧化程度增加，TP 提取率下降。若沉淀操作大于 24h，茶多酚沉淀物由淡黄色转变为橘红色，导致茶多酚的严重氧化。

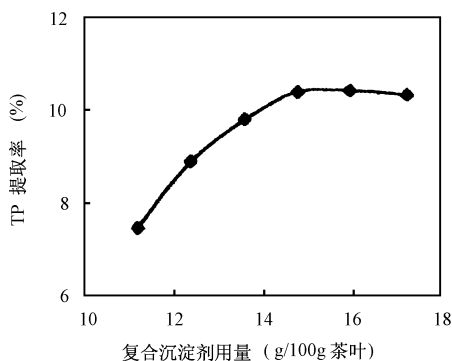


图 1 沉淀剂用量对茶多酚提取率的影响

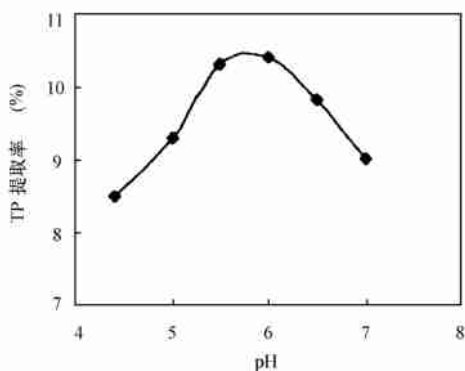


图 2 pH 对茶多酚提取率的影响

2.4 沉淀时间对茶多酚提取率的影响

沉淀操作的 pH 控制在 5.5~6.2，其它工艺条件同上，变化沉淀时间得出图 3 结果。随沉淀时间延

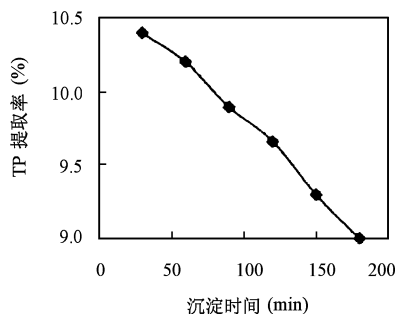


图 3 沉淀时间对 TP 提取率的影响

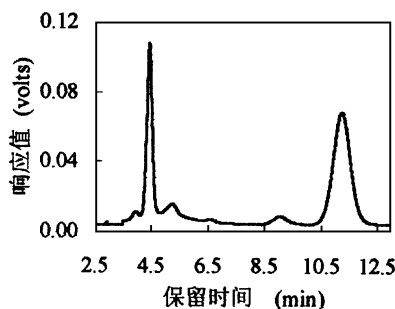
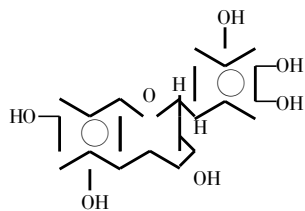


图 4 茶多酚高效液相色谱图

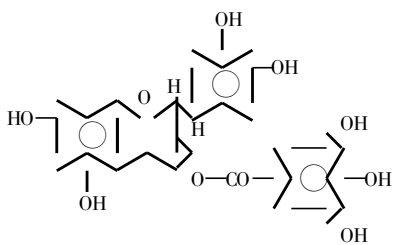
2.5 茶多酚产品的组成分析

茶多酚通常由 10 多种^[3]儿茶素类化合物组成，影响儿茶素组成和含量的因素很多：茶树的产地、品种、采摘季节以及茶叶加工条件等，都会对茶多酚组成产生很大的影响。本文采用高效液相色谱法，测得产品的高效液相色谱图见图 4。谱图表明，安徽青阳

产低档绿茶末中主要有两种儿茶素组成,其保留时间分别为 4.43min 和 11.23min。定性分析结果表明,保留时间 4.43min 的为左旋-表没食子儿茶素(L-EGC),保留时间 11.23min 的为左旋-表儿茶素没食子酸酯(L-ECG)。它们的结构见图 5。



A 左旋-表没食子儿茶素(L-EGC)



b 左旋-表儿茶素没食子酸酯(L-ECG)

图 5 两种儿茶素的分子结构图

3 结论

本文采用复合沉淀剂为沉淀剂,提取茶叶末中的茶多酚,工艺简单,操作简便,提取过程中溶液粘度小,不易起泡,具有易沉淀、易萃取、试剂用量少和成本低的特点。

该方法提取茶多酚的最佳工艺条件为:复合沉淀剂用量为 15g/100g 茶叶末,沉淀茶汁的 pH 范围为 5.5~6.2,沉淀操作时间为 30min。通过转溶等操作后,获得了纯度大于 96% 的淡黄色茶多酚晶体,产品提取率为 10.4%。

液相色谱分析表明,安徽青阳产低档绿茶末中主要有两种儿茶素组成:左旋-表没食子儿茶素(L-EGC)和左旋-表儿茶素没食子酸酯(L-ECG)。

参考文献

- 1 葛宜掌等. 茶多酚提取方法进展. 精细化工, 1994, 11(4): 52
- 2 GB 8313-87. 茶—茶多酚测定
- 3 张可钦, 吴萍, 陈钦云等. 由中国茶叶中提取抗氧化剂的研究. 食品与发酵工业, 1991(1): 1

汕头市金砂企业(集团)金砂化工厂

食 品 添 加 剂

乙二胺四乙酸二钠(EDTA 二钠)

[符合 Q/STJS02]

21500 元/吨

磷酸二氢钾[符合 Q/STJS04]

10500 元/吨

磷酸氢二钾[符合 Q/STJS03]

10500 元/吨

氯化钾[符合 DX/440000X421]

4200 元/吨

磷酸氢二钠[符合 HG/T2920]

4000 元/吨

厂址: 广东汕头市金园路二横 7 号

联系人: 吕本杰 吕焕伦

电话: (0754)8251557

传 真: (0754)8235985

电子信箱: stjshgc@pub.shantou.gd.cn

开户帐号: 汕头市工商行汕樟支行 20624552617

驻沈阳办事处电话: (024)23513405

联系人: 何 琦

驻上海办事处电话: (021)58348222

联系人: 潘晓华

