

四种吸附材料分离茶多酚的初步结果比较

陈劲春 李 一 刘春秀

(北京化工大学化学工程学院, 北京 100029)

摘要: 采用硅藻土、活性炭、聚酰胺树脂、D-301 树脂作为吸附剂, 比较了它们对茶多酚的吸附容量与分辨效果。并对洗脱产物的抗氧化性能以及抗菌性能进行了测定。

关键词: 茶多酚; 吸附剂; 分离效果; 产物鉴定

中图分类号: Q 946

茶多酚是茶叶中儿茶素类、黄酮类、黄酮醇类、花色苷类、酚酸类等多酚化合物的总称, 其中儿茶素是主要成份^[1]。目前用于分离茶多酚的方法有四种, 即有机溶剂萃取法、离子沉淀提取法、吸附法和 CO₂ 超临界萃取法。吸附法是利用各种吸附剂选择性吸附和洗脱剂的选择性洗脱作用达到目标产物与其它杂质相互分离, 具有较多优点^[2]。而吸附剂的吸附容量及分辨率是选择吸附剂应着重考虑的因素。本文选择四种材料作为吸附剂, 比较它们对茶多酚的吸附分离效果。

1 实验

1.1 材料

茶叶, 低档乌龙茶及茶梗, 福建安溪; 硅藻土, 活性炭 513 ~ 257 μm (30 ~ 60 目), 聚酰胺树脂和 D-301 树脂, 均为国产; 其他试剂, 化学纯以上, 市售。

1.2 方法

茶多酚浸提流程: 称取一定量低档茶叶或茶梗加水浸没 加热, 煮沸 10 min 过滤 滤液待用, 滤渣可重复再提一次 合并滤液待用。

各种吸附剂的活化按各自说明书进行处理。硅藻土、活性炭直接加入茶叶吸附; 聚酰胺、D-301 树脂装成 (1/4) cm² × 20 cm 柱后使用; 载样流速与洗脱流速均加调控。洗脱过程为蒸馏水洗 2 次 乙醇 (w = 15%) 洗 2 次 乙醇 (w = 80%) 洗 2 ~ 3 次, 然后进行减压蒸馏浓缩。

产物采用日本岛津 UV-3000 型紫外-可见光分光光度计扫描且比较它们的吸收光谱, 并对其抗氧化性能进行测定。测定方法基本相同^[3]。

抗菌试验: 以大肠杆菌 (*E. Coli*) 为测试菌。先挑选单菌落接种于 5 mL LB 培养液振荡培养过夜; 将配制的质量浓度为 0.03 g/mL 的茶多酚溶液, 按设计比例加入 2 × YT 培养液中混匀, 再取 5 μL 菌液接种并培养过夜, 第二天取 5 μL 直接铺板计数及光镜观察^[4]。

2 结果与讨论

2.1 紫外-可见光分光光度计扫描结果

扫描范围 200 ~ 300 nm, 参比及稀释浓度均相同; 同时设立标准品作为正对照。扫描结果见图 1。四种吸附剂的洗脱产物均有二个吸收峰, 第一个峰位于 215 ~ 230 nm 之间, 是茶多酚吸收峰^[1], 第二个峰位于 270 ~ 280 nm 之间, 系咖啡因吸收峰。其中聚酰胺吸附量最大, D-301 树脂吸附的样品中咖啡因含量最少。

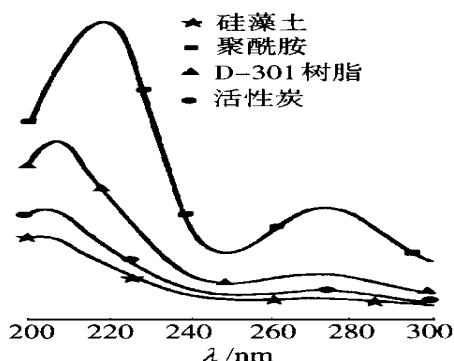


图 1 吸附剂吸附洗脱产物的紫外-可见光吸收光谱
Fig. 1 Comparison of the scan results of extracts eluted from adsorbents with Shimadze UV-3000 spectrophotometer

2.2 过氧化值测定

KMnO₄ 标准溶液经标定, c = 0.025 mol/L。

过氧化值 = $V \times c \times 0.017 \times 100 / m$, 式中, V 为 KMnO_4 体积, mL; $c = 0.025 \text{ mol/L}$; m 为试样质量, g; 3 个样品质量均为 0.2 g (图 2)。由图 2 可见, 空白对照与 2 个添加茶多酚 (100 mg) 样品相比, 已被显著氧化。因此可证明提取物的抗氧化性。

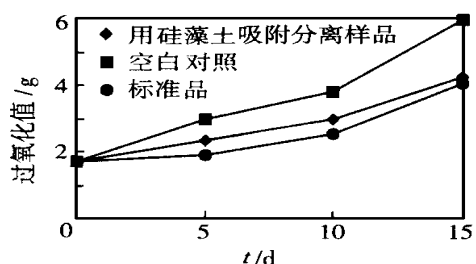


图 2 过氧化值测定结果

Fig. 2 POV determination result

2.3 抑菌性能测定

由表 1 可知, 茶多酚对大肠杆菌有显著的抑制作用。

表 1 茶多酚对大肠杆菌抑制作用的测试结果

Table 1 Inhibition result with *E. coli* by tea polyphenols

| 试验号 | 加入量/mL | | 菌落/个 |
|----------|--------|-----|---------|
| | LB | 茶多酚 | |
| 1(对照) | 5 | 0 | > 1 000 |
| 2(硅藻土吸附) | 4.5 | 0.5 | 2 |
| 3(硅藻土吸附) | 4 | 1 | 0 |

注: 茶多酚的质量浓度为 0.003 g/mL。

2.4 选择吸附剂

大规模生产过程需要采用吸附量大、分辨率高、再生容易、性能稳定、价格便宜的吸附剂。但基本上优良的吸附剂售价都较高。因此还应结合考虑产品

质量要求灵活选用某种吸附剂。以本实验采用的四种吸附剂为例, 吸附分离效果比较见表 2。

表 2 吸附剂应用效果比较

Table 2 Comparison of the isolation effects with adsorbents

| 吸附剂 | 茶多酚 吸附量/ (mg g^{-1}) | 洗脱液 外观 | 咖啡因 吸附量/ (mg g^{-1}) | 工艺 流程 | 价格/ (元 kg^{-1}) |
|----------|---------------------------------------|-----------|---------------------------------------|----------|------------------------------|
| 硅藻土 | 14.61 | 棕黄色透明 | 8.53 | 简单 | 22 |
| 活性炭 | 18.61 | 黄色澄清 | 11.15 | 简单 | 29 |
| D-301 树脂 | 64.29 | 淡黄色 | 27.18 | 较繁 | 较贵 |
| 聚酰胺树脂 | 76.43 | 淡黄色 | 53.67 | 较繁 | 最贵 |

从表 2 可知, 硅藻土作为吸附剂, 其特点是工艺简单、价格较便宜; 以聚酰胺树脂为吸附剂, 其吸附量最大, 但工艺较繁、价格较贵; 而 D-301 树脂对咖啡因吸附较少。显然可根据产品质量要求选择适合的吸附剂, 例如将茶多酚用作一般食品添加剂, 可采用硅藻土作为吸附剂, 如果要求产品中咖啡因少, 可用 D-301 树脂作为吸附剂。甚至还可以考虑将不同吸附剂按某种比例混合装柱使用, 可能得到事半功倍的分离效果。

参 考 文 献

- [1] 陶荣达. 茶多酚的制备和应用研究的进展. 化学世界, 1997(2): 64~67
- [2] 高永贵. 茶叶抗氧化剂的制备方法综述. 茶叶, 1996, 22(2): 44~47
- [3] 汪小钢, 萧伟祥. 吸附树脂层析在茶多酚分离制备中的应用. 茶叶通报, 1997, 19(2): 27~29
- [4] 杜琪珍, 李名君, 程启坤. 高速逆流色谱法分离茶叶中的儿茶素. 中国茶叶, 1996(3): 20~21

Comparison of isolating tea polyphenols with four adsorbents from low grade tea

CHEN Jing-chun LI Yi LIU Chun-xiu

(College of Chemical Engineering, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

Abstract: The absorption capability and isolation effects of four adsorbents used in extracting polyphenols from low grade tea have been compared. Furthermore, the antioxygenation and antibacterial ability of the tea polyphenols eluted from the four adsorbents have also been determined and compared.

Key words: tea polyphenol; adsorbent; isolation effect; functional analysis