

文章编号:1674-2869(2009)03-0004-05

# 茶叶下脚料提取水溶性物质的研究

赵芬,陈金芳\*,陈启明,薛强

(武汉工程大学化工与制药学院,绿色化工过程省部共建教育部重点实验室,  
湖北省新型反应器与绿色化学工艺重点实验室,湖北武汉430074)

**摘要:**选定福建茶叶分选碎屑为原料进行了提取水溶性物质的实验,研究了提取工艺中料水比、浸提时间对水提物提取率的影响,经过蒸发浓缩和冷冻干燥处理得到了浅色的干粉。以福建茶叶分选碎屑的干品为基准,水提物提取率达47.6%。以葡萄糖为标准、蒽酮-硫酸法于620 nm处比色,测得干粉中多糖含量5.05%,考马斯亮蓝法测得蛋白质含量5.58%,105℃恒重法测得水分6.61%,550℃高温灰化法测得灼烧残留物14.75%,重量法测得果胶含量18.09%。

**关键词:**茶叶下脚料;水浸提;水溶性物质

中图分类号:TQ914.3 文献标识码:A

## 0 引言

世界上有茶园的国家近50个,中国、印度、斯里兰卡、印尼、肯尼亚、土耳其等几国的茶园面积之和就占了世界茶园总面积的百分之八十以上。世界上每年的茶叶产量大约有300万吨,其中百分之八十左右产于亚洲。2004年中国茶叶总产量全面超过印度跻身全球第一<sup>[1]</sup>。尽管我国茶园面积和茶叶总产量居世界前列,但我国茶叶生产总值并不高,主要是因为:一、我国出口多是散装茶,未经过深加工,因此附加值较低;二、大量的下脚料使粗老茶得不到充分利用,浪费严重<sup>[2]</sup>。同时,我国茶叶的加工方式以机制为主,在机制茶叶的过程中约有5%左右的芽尖被分离出,不能作为茶叶正常营销。全国每年有近四万吨的这种茶叶下脚料没有得到合理利用。

汪东风等<sup>[3]</sup>分析了不同等级的茶叶中各药理成分的含量,研究表明,不论是红茶还是绿茶,等级越低,原料越粗老,茶多糖的含量越高,一级红茶为(0.40±0.10)%,六级红茶达(0.85±0.10)%;一级绿茶TPC含量为(0.81±0.11)%,六级达到(1.41±0.06)%。药理研究表明<sup>[4]</sup>,茶多糖具有降血糖、降血脂、抗凝血、抗血栓、降血压、耐缺氧、增加冠状动脉血流量、防辐射、增强机体免疫力、抗炎、抗癌等多种功效,尤其是显著的降血糖效果和免疫活性,可望成为预防治疗糖尿病

及心血管疾病、增加免疫功能的天然药物。为了合理利用有限的资源,选定福建茶叶分选碎屑为原料进行了提取茶多糖的实验研究。

关于多糖的提取方法,早期报道<sup>[5]</sup>的主要是酸提法、碱提法、水提法等,近年出现了有关酶提法和超声波提取法等报道<sup>[6-10]</sup>。酸提法和碱提法对提取条件要求较高,而酶提法和超声波提取法的成本较高,因此在实际生产加工中仍以水提法为主。茶多糖热稳定性较差<sup>[11]</sup>,60℃以上降解加快。本研究采用常温冷水反复浸提。

## 1 材料与仪器

茶叶分选碎屑(福建),AL204电子天平(上海梅特勒-托利多仪器有限公司),RE-52AAA旋转蒸发器(上海嘉鹏科技有限公司),冰箱,FE-1冷冻干燥机(郑州长城科工贸有限公司),UV-2102PCS型紫外分光光度计(上海尤尼柯仪器有限公司)。

## 2 实验方法

### 2.1 实验总流程

茶叶分选碎屑→取样→水浸提→旋转蒸发浓缩→冷冻固化→冷冻干燥→称量水提物。

### 2.2 水溶性物质的提取

2.2.1 料水比对提取率的影响 取茶叶分选碎屑100 mL 6份称量质量(编号1~6),计24.48 g。按表1所示进行试验(其中第二次浸提以上一次

收稿日期:2008-09-17

作者简介:赵芬(1985-),女,湖北仙桃人,硕士研究生。研究方向:化学工艺。

指导老师:陈金芳,教授,硕士研究生导师。研究方向:精细化工。\*通信联系人

浸提后的茶渣为原料),分析料水比对提取率的影响。

表1 料水比对提取率的影响研究

Table 1 Research of effect of ratio of material to water on extraction rate

样品号	1	2	3	4	5	6	t/h
一次浸提料水比	1:15	1:20	1:25	1:30	1:35	1:40	3
二次浸提料水比	1:10	1:14	1:18	1:22	1:26	1:30	3
三次浸提料水比	1:5	1:8	1:10	1:12	1:15	1:18	1

2.2.2 浸提时间对提取率的影响 取茶叶分选碎屑 100 mL 6 份称量质量(编号 7~12),计 24.48 g,按表 2 所示进行试验,分析浸提时间对提取率的影响。

表2 浸提时间对提取率的影响研究

Table 2 Research of effect of time on extraction rate

样品号	7	8	9	10	11	12
浸提时间/h	1	2	3	4	5	6
一次浸提水量/mL				488		
二次浸提水量/mL				300		
三次浸提水量/mL				150		

2.2.3 完全浸提 本实验完全浸提以水溶性物质提取率接近零为准(计为十次)。

选择条件完全浸提:茶叶分选碎屑 100 mL,计 24.480 2 g,由确定的三次浸提的最佳条件进行完全浸提,绘制曲线分析提取率变化情况。

表3 选择条件完全浸提研究

Table 3 Research of selective conditions of complete extraction

浸提次数	1	2	3	4~10
料水比	1:30	1:26	1:5	1:5
浸提时间/h	6	3	2	1

等体积完全浸提:取茶叶分选碎屑 100 mL,计 24.480 5 g,将完全浸提所需水量及时间十等分,做一次等体积完全浸提,绘制曲线分析提取率变化情况。

表4 等体积完全浸提

Table 4 Research of equivalent volume complete extraction

每次浸提水量/mL	每次浸提时间/h	浸提次数
234.6	1.8	10

## 2.3 定性分析

称取水提取物干粉 0.02 g,用蒸馏水配成 100 mL 溶液,取此溶液进行 200~700 nm 范围的紫外扫描,观察其紫外光谱特性。

## 2.4 水提物含量测定

2.4.1 多糖含量测定 国内外快速测定多糖含量主要有蒽酮-硫酸法和苯酚-硫酸法,均以葡萄糖为标准<sup>[12]</sup>。王伟华等<sup>[13-14]</sup>、王黎明等<sup>[15]</sup>均采用蒽酮-硫酸法测定茶多糖含量。陈建国等<sup>[16]</sup>采用苯

酚-硫酸法测定杭州近郊的粗老茶中茶叶多糖质量分数在 1.29%~4.52% 之间。傅博强等<sup>[17]</sup>认为由于茶叶多糖为杂多糖,而不同的单糖与蒽酮-硫酸试剂显色情况不同,不同单糖标准曲线的斜率不同,因而仅采用葡萄糖做标准的测定结果,会存在一定的误差,结果比实际含量偏低,从而提出以校正因子修正测定茶叶多糖质量分数。由于苯酚-硫酸法受颜色的影响较大,而茶叶多糖在提取和初步纯化过程中伴有大量的茶色素生成,因此多采用蒽酮-硫酸法。

本文取水提取物干粉按文献<sup>[17]</sup>所述的蒽酮-硫酸法测定其总糖含量,并进行重现性及稳定性试验。

2.4.2 其它组分含量测定 a. 蛋白质含量测定(考马斯亮蓝法<sup>[18]</sup>):取 0.006 g/mL 水提物 1 mL,加入 5 mL 考马斯亮蓝 G 250 试剂,于 595 nm 测吸光度。

b. 105 °C 恒重(质量)法测水分<sup>[11]</sup>:称取水提取物干粉 1 g(精确至 0.000 1),放入电热恒温干燥箱 105~110 °C 烘烤 48 h,至质量恒定不变后称量质量(两次质量之差 0.000 2 g)。

$$\text{含水百分率} = \frac{\text{湿重(质量)} - \text{干重(质量)}}{\text{湿重(质量)}} \times 100\%$$

c. 550 °C 恒重(质量)法测残留物<sup>[11,19]</sup>(高温灰化法):取混匀的磨碎试样 2 g(准确至 0.001 g)于坩埚内,徐徐加热至无烟后,移入 550 °C 高温炉内,灼烧至无炭粒(不少于 2 h),待炉温降至 300 °C 时取出,冷却,称量,再反复,直至连续两次称量差不超过 0.001 g 为止。

d. 重量(质量)法测果胶<sup>[20]</sup>:利用果胶酸钙不溶于水的特性,先使果胶质从样品中提取出来,再加沉淀剂使果胶酸钙沉淀,测定质量并换算成果胶质质量。称水提干粉 5~10 g 于 250 mL 烧杯,加 150 mL 水煮沸 1 h(搅拌加水解免损失),冷却,定容至 250 mL,抽滤,吸滤液 25 mL 于 500 mL 烧杯,加 0.1 mol·L<sup>-1</sup> NaOH 100 mL,放置 30 min 后分别加入 50 mL 的 1 mol·L<sup>-1</sup> 醋酸和 50 mL 的 1 mol·L<sup>-1</sup> CaCl<sub>2</sub>,放 1 h,沸腾 5 min 后,用烘至恒重(质量)的滤纸过滤,用热水洗至无 Cl<sup>-</sup>,把滤纸和残渣于烘干至质量不变的称量瓶内 105 °C 烘至质量不变。

$$\text{果胶质质量分数} = \frac{0.9235 \times G}{W \times \frac{25}{250}} \times 100\%$$

式中:0.923 5—果胶酸钙换算成果胶质的系数;G—滤渣质量,g;W—样品质量,g; $\frac{25}{250}$ —稀释倍

数.

### 3 结果与讨论

#### 3.1 料水比的影响

如图 1 所示,一次浸提时随着水量的增加提取率越来越高,初始增加速度较快,料水比达到 1:25 后增长趋于平缓.二次浸提总趋势与一次浸提相同,提取率随水量增加而增加,初始增长速度较快,1:14 后涨幅较小.三次浸提时,随着水量的增加提取率越来越低,可能是经过第一和第二二次浸提后,随水量的增加,茶叶中多糖提取越彻底,因此第三次浸提时,随水量增加提取率反而越低.经三次浸提后,总提取率如图 2 所示,提取率随水量增加有不同程度增加.

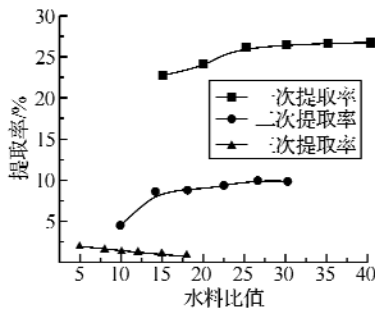


图 1 料水比对提取率的影响

Fig. 1 Effect of ratio of water to material on extraction rate

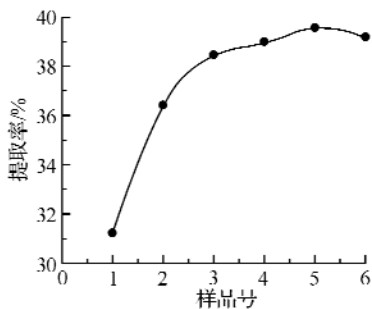


图 2 三次浸提后总提取率

Fig. 2 Total extraction rate of three times extractions

#### 3.2 浸提时间对提取率的影响

如图 3,随着浸提时间的增加一次浸提提取率越来越高,其中 1~5 h 之间增长幅度较大;二次浸提时,1~2 h 内提取率降低,随后的 1 h 急剧增加,之后又趋于平缓,确定 3 h 时提取率最高;三次浸提时,1~2 小时内提取率增加,之后的 1 h 急剧下降,然后趋于平缓,确定 2 h 时提取率最高.经三次浸提后总提取率如图 4 所示,提取率随浸提时间增加而增加,1~3 h 间增幅较大,3 h 后增长较慢.

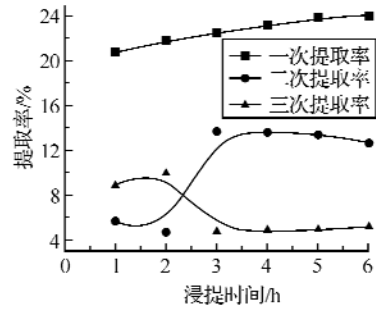


图 3 浸提时间对提取率的影响

Fig. 3 Effect of time on extraction rate

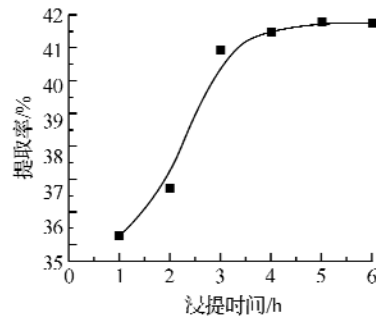


图 4 三次浸提后总提取率

Fig. 4 Total extraction rate of three times extraction

#### 3.3 完全浸提

选择最佳条件完全浸提,1~3 次浸提的提取率急剧下降,三次浸提后基本平缓.等体积完全浸提,前五次浸提的提取率降低显著,5 次之后基本平缓.比较选择条件完全浸提和等体积完全浸提,如图 5,选择条件完全浸提比等体积完全浸提的提取率降低速度快,且一次浸提的提取率高出近一倍.

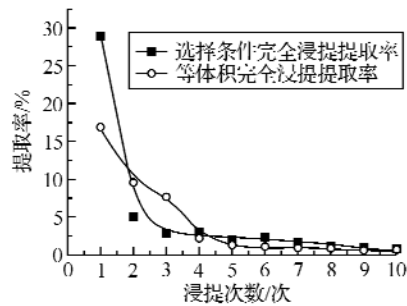


图 5 完全浸提结果比较图

Fig. 5 Comparison of complete extraction results

#### 3.4 茶多糖的紫外分析

如图 6,显示 280~270 nm 处有较宽的吸收峰,280 nm 处吸收峰为蛋白质特征吸收峰<sup>[21]</sup>,而茶多糖在 200~300 nm 的范围也有稳定的吸收<sup>[22]</sup>,茶多糖是一种糖蛋白质,内含游离蛋白很少<sup>[21]</sup>,由此表明茶叶中的蛋白质和多糖可能以结合态存在.这与汪东风等<sup>[11,21,23]</sup>的报道一致.且 272~274 nm 处吸收也有可能是半乳糖醛酸<sup>[11]</sup>.

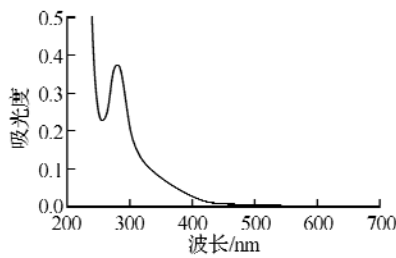


图6 茶多糖紫外吸收谱图

Fig.6 UV absorption spectra of tea polysaccharides

3.5 茶多糖的含量测定及重现性、稳定性分析

本试验测得吸光度  $A$  对葡萄糖浓度  $c$  作回归方程:  $c = -0.01696 + 0.1673A$  (相关系数  $r = 0.9983$ ), 葡萄糖标准曲线如图7, 得换算因子  $f = 4.23$ , 水提取物中多糖含量为 5.05%。除多糖外, 还含有与多糖相对分子质量相差不大的碎片、游离蛋白、茶多酚、色素、脂类、低聚糖等杂质<sup>[21]</sup>。由过滤法测水不溶物, 105℃恒重(质量)法测水分, 550℃恒重法测残留物<sup>[19]</sup>(灰分), 重量法测果胶, 考马斯亮蓝法<sup>[18]</sup>测蛋白质, 测得水提取物组成成分含量如表5所示。

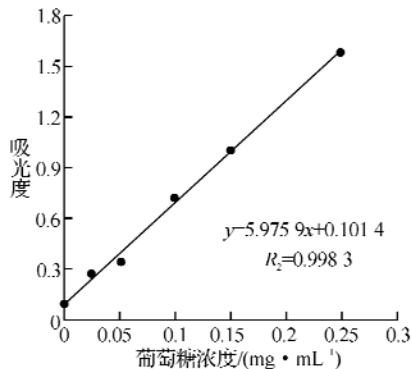


图7 葡萄糖标准曲线图

Fig.7 Standard curve of glucose

表5 水提取物的组成成分质量含量

Table 5 Composition of water extract

总糖量	蛋白质	水分	灰分	果胶	其它
5.05%	5.58%	6.61%	14.75%	18.09%	49.92%

粗老茶、含梗多的茶叶总灰分含量高, 且 550℃高温灼烧时, 某些金属氧化物会吸收有机物分解产生的二氧化碳而形成碳酸盐, 使无机成分增多, 使得灰分含量偏高。

茶多糖测定方法的重现性结果如表6所示, 稳定性测定结果如表7所示。

表6 茶多糖含量测定重现性试验结果

Table 6 Results of reproducibility of determination of polysaccharides content

样品号	1	2	3	4
茶多糖含量/%	5.05	5.01	4.94	4.96

表7 茶多糖含量测定稳定性试验结果

Table 7 Results of stability of determination of polysaccharides content

时间/h	0	1	2	3	4
吸光度	0.244	0.243	0.241	0.241	0.240

4 结 语

本试验确定连续多次浸提的条件: 第一次料水比 1 : 30, 浸提时间 6 h; 第二次料水比 1 : 26, 浸提时间 3 h; 第三次料水比 1 : 5, 浸提时间 2 h。按此条件作完全浸提总提取率达 47.6%。确定完全浸提所需水量 2 346 mL, 所需浸提时间 18 h, 所需次数 10 次。作等体积完全浸提提取率 40.6%。蒽酮-硫酸法测得水提取物中多糖含量 5.05%, 且重现性及稳定性良好, 考马斯亮蓝法测得蛋白质含量 5.58%, 105℃恒重(质量)法测得水分 6.61%, 550℃高温灰化测得灼烧残留物 14.75%, 重量(质量)法测得果胶含量 18.09%。此水提取物干粉可作为食品添加剂, 也可作为冲剂直接冲服。

参考文献:

[1] 小鱼. 中国茶业面临世界新格局[J]. 中国食品与市场, 2006, 12: 31-31.

[2] 王黎明, 夏文水. 水法提取茶多糖工艺条件优化[J]. 食品科学, 2005, 26(5): 171-174.

[3] 汪东风, 谢晓凤, 王泽农, 等. 粗老茶中的多糖含量及其保健作用[J]. 茶叶科学, 1994, 14(1): 73-74.

[4] 陈海霞, 谢笔钧. 茶多糖药效研究概况[J]. 中药材, 2001, 24(1): 65-67.

[5] 高林瑞, 周斌星. 茶多糖的研究与开发[J]. 世界农业, 2005, 7: 47-48.

[6] Yamaguchi F, Ota Y, Hatanaka C. Extraction and purification of pectic polysaccharides from soybean okara and enzymatic analysis of their structures [J]. Carbohydrant Polymers, 1996, 30: 265-273.

[7] Sun R C, Jones G L, Tomkinson J. Fractional isolation and partial characterization of non-starch polysaccharides and lignin from sago pith [J]. Industrial Crops and Products, 1999, 19: 211-220.

[8] Liang Yuerong, Xu Yuerong. Effect of pH on cream particle formation and solids extraction yield of black tea [J]. Food Chemistry, 2001, 74: 155-160.

[9] Ramesh H P, Tharanathan R N. Water-extracted polysaccharides of selected cereals and influence of temperature on the extractability of polysaccharides in sorghum [J]. Food Chemistry, 1999, (64): 345-350.

[10] Hromadkova Z, Ebringrova A, Valachovic P. Ultrasound assisted extraction of water-soluble

- polysaccharides from the roots of valerian [J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2002, (9): 37-44.
- [11] 汪东风, 谢晓凤, 王世林, 等. 茶多糖的组分及理化性质[J]. *茶叶科学*, 1996, 16(1): 1-8.
- [12] 谢明勇, 聂少平. 茶叶多糖得研究进展. *食品与生物技术学报*[J], 2006, 25(2): 107-119.
- [13] 王伟华, 韩占江, 陈晓静. 普洱茶茶多糖的提取及其含量测定[J]. *安徽农业科学*, 2006, 34(6): 1115-1116.
- [14] 王伟华, 韩占江, 何冬云. *河南科技学院学报(自然科学版)*[J], 2005, 33(4): 53-55.
- [15] 王黎明, 夏文水. 蒽酮-硫酸法测定茶多糖含量的研究[J]. *食品科学*, 2005, 26(7): 185-188.
- [16] 陈建国, 胡欣, 雪松. 茶叶中茶多糖的提取和测定方法[J]. *中国卫生检验杂志*, 2004, 14(4): 432-433.
- [17] 傅博强, 谢明勇, 聂少平. 茶叶中多糖含量的测定[J]. *食品科学*, 2001, 22(11): 69-73.
- [18] 陆建良, 梁月荣, 张凌云, 等. 考马斯亮蓝法在茶汤可溶性蛋白含量分析中的应用和改良[J]. *茶叶*, 2002, 28(2): 89-93.
- [19] 刘本英, 周红杰, 王平盛, 等. 茶叶灰分和水分与品质关系[J]. *热带农业科技*, 2007, 30(3): 22-26.
- [20] 董洁, 郭立玮, 文红梅, 等. 中药水提液中果胶含量测定方法研究[J]. *现代中药研究与实践*, 2007, 21(5): 39-41.
- [21] 汪东风, 李俊, 王长红, 等. 茶叶多糖的组成及免疫活性研究[J]. *茶叶科学*, 2000, 20(1): 45-50.
- [22] 周裔彬, 汪东风, 周小玲, 等. 茶叶多糖复合物的研究进展[J]. *食品与发酵工程*, 2005, 31(2): 88-92.
- [23] Wang Dongfeng, Wang Chenghong, Li Jun, et al. Components and Activity of Polysaccharides from Coarse Tea[J]. *J Agric Food Chem*, 2001, 49: 507-510.

## Study on extraction of water-soluble compounds from tea tailings

ZHAO Fen, CHEN Jin-fang, CHEN Qi-ming, XUE Qiang

(School of Chemical Engineering and Pharmacy, Wuhan Institute of Technology, Hubei Key Lab of Novel Chemical Reactor and Green Chemical Technology, Key Laboratory of Green Chemical Process of Ministry of Education, Wuhan 430074, China)

**Abstract:** The effect of time and ratio of tea to water(W/V) on the yield of tea polysaccharides from Fujian tea tailings were researched in this paper. The powder of aqueous extract were obtained through evaporate concentration and refrigerate desiccation. The extraction rate was 47.6% based on the dry powder. The absorbance was measured by anthrone sulfuric colorimetry at 620 nm while glucose was used as the standard. The content of polysaccharides in the dry powder was 5.05% by this method as well as 5.58% of protein by Coomassie brilliant blue method, 6.61% of water by constant weight method of 105 °C, 14.75% of ash by high temperature carbonization of 550 °C, 18.09% of pectin by gravimetric method, respectively.

**Key words:** tea tailings; water extraction; tea polysaccharides

本文编辑:张 瑞