

正交试验法从茶叶中提取咖啡因的工艺研究

周芳,朱亚伟,位翠杰 (黄河科技学院医学院,河南郑州 450063)

摘要 [目的] 研究从茶叶中提取咖啡因的工艺。[方法] 从茶叶中提取天然咖啡因,以微波进行前处理,乙醇作为溶剂,利用索氏提取器进行提取。以得到的咖啡因的产量为评价指标,运用正交试验原理考察了微波功率、微波时间、乙醇浓度和浸提时间对产量的影响。[结果] 试验优选出了茶叶中咖啡因提取的最佳工艺条件:称取 8 g 茶叶,微波功率为 240 W,微波时间为 3 min,乙醇浓度为 95%,索氏提取器提取时间为 1.5 h,此条件下咖啡因产量为 89.2 mg。[结论] 研究可为茶叶中咖啡因的提取提供参考依据。

关键词 茶叶;咖啡因;提取;正交试验
中图分类号 S609.9 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2015)19-274-02

Study on Extracting Caffeine from Tea by Orthogonal Experiment
ZHOU Fang, ZHU Ya-wei, WEI Cui-jie (Medical School, Huanghe Science and Technology College, Zhengzhou, Henan 450063)
Abstract [Objective] To study technique for extracting caffeine from tea. [Method] Extract natural caffeine from tea to microwave pretreatment, using ethanol as solvent, extracted by soxhlet extractor. By using the principle of the orthogonal test examines the microwave power, microwave time, ethanol concentration and extraction time on yield. [Result] The results showed that the optimum reaction conditions was follows: Tea, 8 g; microwave power, 240 W; microwave processing time, 3 min; ethanol concentration 95%; extraction time 1.5 h. The caffeine production is 89.2 mg. [Conclusion] The study can provide reference basis for extracting caffeine in tea.
Key words Tea; Caffeine; Extract; Orthogonal experiment

茶叶是世界三大饮料之一^[1],具有降压、抗氧化、抗肿瘤、降低胆固醇、提神、增强机体免疫力等作用^[2]。据已有的研究资料表明,茶叶中含有糖类、多种氨基酸、生物碱、茶多酚等多种成分,其中,咖啡因的含量约占茶叶干重的 2%~5%^[3-4]。从茶叶中提取咖啡因的方法较多,其中浸提法、索氏提取法、微波辅助提取法、超声波辅助提取法等已有报道^[5],以微波进行前处理,结合索氏提取法尚未见报道。笔者以乙醇作为提取溶剂,以得到的咖啡因的产量为评价指标,运用正交试验,考察微波辐射功率、辐射时间、乙醇浓度和索氏提取时间 4 个因素对咖啡因提取产量的影响,寻找一个提取率比较高的新工艺流程。

1 材料与方法

1.1 材料 原料:信阳毛尖,市售。主要试剂:无水乙醇。主要仪器:索氏提取器;电子天平;微波化学反应器 WBFY-201,上海丞明仪器设备有限公司。

1.2 方法 用粉碎机将茶叶粉碎,过 60 目筛。分别称取 8 g 样品,置于微波反应器中,以不同的功率、不同的时间进行辐射。前处理后,将样品进行包裹,放入索氏提取器中,选用不同浓度的乙醇,提取不同时间后,将索氏提取装置改为蒸馏装置,回收大部分的乙醇,然后将浓缩液转移至蒸发皿中,加入 3 g 生石灰,边加热边搅拌,待蒸干水和乙醇后,升华,收集产品,称重,测定其熔点。

2 结果与分析

2.1 正交试验影响因素的选择 溶剂是影响提取率的重要因素之一,咖啡因易溶于乙醇,因此把乙醇的浓度作为主要的考察因素之一;同时,微波功率、微波时间、浸提时间均会影响咖啡因的提取率,因此把这 4 个因素同时作为考察因

素。试验的影响因素和水平见表 1。

表 1 正交试验因素水平设计

水平	因素			
	微波功率 (A)//W	微波时间 (B)//min	提取时间 (C)//h	乙醇浓度 (D)//%
1	80	3	1.0	50
2	240	4	1.5	70
3	300	5	2.0	95

2.2 正交试验结果 为了提高咖啡因的产量,试验考察了 4 个影响因素和 3 个水平,故选用 4 因素 3 水平 9 次试验的正交试验表 L₉(3⁴)。正交试验设计及试验结果见表 2。

R 为各因素的极差,反映了各因素影响试验指标的主次关系。*R* 越大,说明该因素对试验指标的影响越大,因此也就越重要。由极差分析结果可以看出,以提取产量为考察指标,4 种因素对咖啡因提取产量的影响大小程度依次为:乙醇浓度、提取时间、微波时间、微波功率。从表 2 可得出,正交试验范围内的较优的提取条件为 D₃C₂B₁A₂,即乙醇浓度

表 2 正交试验及结果

试验号	因素				咖啡因 mg
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	16.4
2	1	2	2	2	37.3
3	1	3	3	3	48.4
4	2	1	2	3	89.2
5	2	2	3	1	13.0
6	2	3	1	2	27.0
7	3	1	3	2	29.1
8	3	2	1	3	59.1
9	3	3	2	1	21.2
<i>K</i> ₁	34.033	44.900	34.167	16.867	
<i>K</i> ₂	43.067	36.467	49.233	31.133	
<i>K</i> ₃	36.467	32.200	30.167	65.567	
<i>R</i>	9.034	12.700	19.066	48.700	

注:表中咖啡因含量结果为 8 g 茶叶中含量。

95%, 提取时间 1.5 h, 微波功率 240 W, 微波辐射时间 3 min, 在此条件下 8 g 茶叶中咖啡因的提取量 89.2 mg。

F 值是指因素水平的改变引起的平均偏差平方和与误差的平均偏差平方和的比值, 比值的大小反映了各因素水平对试验结果影响程度的大小。若 $F > F_0$, 说明该因素水平的改变对试验结果有显著的影响, 两数差别越大, 说明该因素影响的显著性越大。由方差分析可得出, 乙醇浓度对试验结果影响显著; 微波功率、微波时间和提取时间对试验结果影响不显著。各因素对试验结果的影响显著性次序为: 因素 D (乙醇浓度, $F = 28.691$) > 因素 C (提取时间, $F = 4.627$) > 因素 B (微波时间, $F = 1.912$) > 因素 A (微波功率, $F = 1.000$), 其中 $T_{\text{临界值}} = 19.000$ 。

由极差和方差分析得出, 乙醇的浓度是影响咖啡因提取产量的主要因素, 95% 乙醇提取的效果最好, 其次是提取时间、微波时间和微波功率。

2.3 产品分析

2.3.1 熔点测试。外观: 白色针状晶体。干燥后测其熔点为 233 ~ 234 °C, 熔程短, 纯度较高。

2.3.2 红外光谱分析。得到的咖啡因产品经红外分析, 得到谱图, 如图 1 所示。

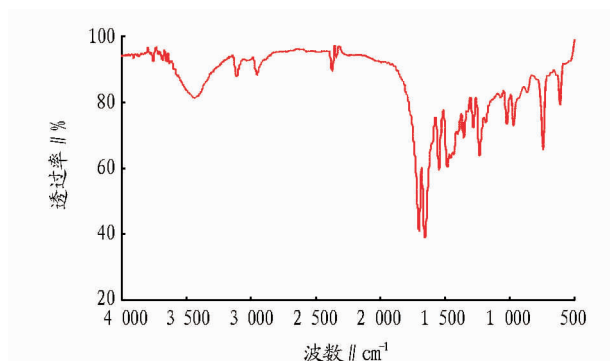


图 1 咖啡因产品红外图谱

由图 1 可见, 3 116 cm^{-1} 处为芳环上的 C-H 伸缩振动, 744 cm^{-1} 处为其变角振动; 1 703 和 1 667 cm^{-1} 处分别为 2 位和 6 位 C 原子上的 C=O 伸缩振动; 1 548 cm^{-1} 处为芳环上 4, 5 原子的 C=C 伸缩振动; 1 484 cm^{-1} 为 N-CH₃ 的 C-H 弯曲振动; 1 024 cm^{-1} 处为 C-N 伸缩振动吸收峰。由此确定该物质为咖啡因。

2.4 验证试验 用上述条件 D₃C₂B₁A₂, 进行 3 次平行试验, 结果 3 次平行试验从 8 g 茶叶中提取咖啡因含量依次为 85.1、93.3、84.4 mg, 平均提取量为 87.6 mg, 提取率高且具有重复性, 验证了所选提取工艺条件的合理性。

3 结论

以信阳毛尖为原料, 采用微波辐射和索氏提取器联合提取, 利用正交试验方法, 优化出了较佳的工艺条件: 微波功率 240 W, 辐射时间 3 min, 乙醇浓度 95%, 提取时间 1.5 h, 产量为 8 g 茶叶可提取咖啡因 89.2 mg。李玉贤等利用索氏提取器, 采用正交试验的方法, 咖啡因的产量为 33.6 mg/8g^[6]; 杨兵等采用微波提取法, 得到咖啡因的产量为 38.9 mg/5g^[7]。用微波进行前处理后, 再用索氏提取器进行提取, 咖啡因的产量明显提高, 并且纯度比较高。因此从产量、试验时间和仪器要求等方面综合考察, 该工艺条件较为理想。

参考文献

- [1] YANG C S, LAMBERT J, 江和源, 等. 茶对人体健康的作用[J]. 中国茶叶, 2006, 28(5): 14-15.
- [2] 邹盛勤. 茶叶的药用成分、药理作用及应用研究进展[J]. 中国茶叶加工, 2004(3): 35-37.
- [3] 刘军海, 李志洲. 茶叶中有效成分应用及其提取工艺研究进展[J]. 食品研究与开发, 2007, 28(3): 173-176.
- [4] 罗一帆, 郭振飞, 朱振宇, 等. 近红外光谱测定茶叶中茶多酚和茶多糖的人工神经网络模型研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2005, 25(8): 1230-1233.
- [5] 盛怡林. 茶叶中咖啡因提取实验方法的比较及改进[J]. 生物学杂志, 2007, 24(1): 75-76.
- [6] 李玉贤, 张佳乐, 刘金浩. 正交实验法优化咖啡因提取实验工艺研究[J]. 实验室科学, 2011, 14(2): 105-107.
- [7] 杨兵, 彭传友, 陈源, 等. 茶叶中咖啡因提取条件优化及方法对比[J]. 光谱实验室, 2012, 29(5): 2695-2697.
- [8] 杨兵, 彭传友, 陈源, 等. 茶叶中咖啡因提取条件优化及方法对比[J]. 光谱实验室, 2012, 29(5): 2695-2697.
- [9] REDDY N S, RAO A S, CHARI M A, et al. Synthesis and antibacterial activity of urea and thiourea derivatives of anacardic acid mixture isolated from a natural product cashew nut shell liquid (CNSL)[J]. International Journal of Organic Chemistry, 2012, 2: 267-275.
- [10] 林金火, 胡炳环, 陈文定. 腰果壳液的蒸馏及其馏分的色-质谱联用分析[J]. 林产化学与工业, 1991, 11(1): 33-39.
- [11] 陈颖怡, 谭朝勤. 腰果酚有效成分定性分析[J]. 广东化工, 2009, 36(6): 169-171, 267.
- [12] 毛治博. 腰果酚催化加氢研究[D]. 郑州: 郑州大学, 2010.
- [13] 毛治博, 雒廷亮, 王钰, 等. 腰果酚催化加氢工艺及产品的纯化和表征[J]. 林产化学与工业, 2010, 30(2): 52-56.
- [14] 张玉玲. 腰果油中腰果酚的提取及其抗氧化性研究[D]. 郑州: 郑州大学, 2009.
- [15] 刘兵, 敖汪伟, 杨杨, 等. 左旋 β -萜烯选择性氧化合成右旋诺派酮的研究[J]. 南京林业大学学报: 自然科学版, 2010, 34(2): 89-94.

(上接第 273 页)