

茶树花多酚大孔树脂纯化工艺研究

黄阿根, 董瑞建, 谢凯舟

(扬州大学食品科学与工程学院, 扬州 225001)

摘要: 该文以废弃茶树花为原料, 采用超滤法处理茶树花多酚超声波辅助乙醇浸提液, 去除大分子物质, 运用静态吸附和动态吸附试验对 HZ 系列 5 种大孔吸附树脂及其纯化茶树花多酚工艺条件进行筛选, 采用 HPLC 监测树脂纯化前后茶树花多酚的变化情况。结果表明, HZ-806 大孔吸附树脂对茶树花多酚的吸附性能与解吸效果最好, 吸附率和解吸率分别达到 97.5%、98.20%, 适宜作为茶树花多酚纯化的树脂; HZ-806 大孔树脂纯化茶树花多酚的工艺条件为: 上柱液 pH 3.0, 上柱液浓度 4.0 mg/mL, 上柱液体积 6 BV, 上柱流速 4 BV/h, 洗脱液乙醇浓度 70%, 洗脱流速 2 BV/h, 洗脱体积 3.33 BV; 采用上述纯化工艺茶树花多酚纯度从 19.43% 提高到 84.32%。

关键词: 茶树花; 多酚; 纯化; 大孔吸附树脂

中图分类号: TS201.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-6819(2007)9-0239-07

黄阿根, 董瑞建, 谢凯舟. 茶树花多酚大孔树脂纯化工艺研究[J]. 农业工程学报, 2007, 23(9): 239-245.

Huang Agen, Dong Ruijian, Xie Kaizhou. Purification technology of polyphenols from tea flower with macroporous absorbent resin[J]. Transactions of the CSAE, 2007, 23(9): 239-245. (in Chinese with English abstract)

0 引言

茶多酚具有清除人体自由基, 提高免疫力, 抗氧化, 抗衰老, 抗辐射, 降血脂等功效^[1-3], 已广泛应用于医药、保健品、化妆品和食品行业, 是安全天然的活性物质。但其自然资源有限, 目前多从茶叶中提取。茶树花是茶树 (*Camellia sinensis* L. O. Kuntze) 的生殖器官, 从开花到结果, 需要 17 个月, 消耗了茶树的营养, 影响茶叶产量、品质, 茶农为提高茶叶的品质, 常常将其修剪废弃, 其干茶树花产量约有 375~450 kg/hm²。分析表明茶树花富含茶多酚^[4-7], 从中提取茶多酚将使废弃物得到有效利用。

从茶叶中提取茶多酚目前采用的方法主要有溶剂萃取法^[8]、重金属盐沉淀法^[9-11]和树脂吸附法。溶剂萃取法需用氯仿等有机溶剂脱除色素和咖啡因。沉淀法需采用重金属离子沉淀滤液中茶多酚。这两种方法易导致茶多酚产品中有机溶剂或重金属残留, 而且茶多酚得率不高。常规树脂吸附法也需对浸提液进行沉淀等预处理, 各自选用的树脂种类不尽相同, 差别较大^[12-14]。目前研究仍主要集中在以茶叶为原料的提取工艺上, 关于茶树花多酚提取技术研究报道少, 而带有实用技术的提

取、分离、纯化更为缺乏。因此, 研究制备茶树花多酚的实用技术具有一定的经济和社会价值。

本研究采用超声波-超滤膜-树脂吸附联用新技术制备茶树花多酚。超声波辅助溶剂浸提, 可在低温短时间内有效浸提茶树花多酚^[15], 超滤膜去除水溶性大分子杂质, 新型大孔吸附树脂选择性吸附茶树花多酚, 操作在低温、静态下进行, 可最大限度保证茶多酚有效成分不被破坏。本文将重点探讨树脂吸附工艺, 确定可行工艺技术参数, 为茶树花资源的开发利用提供技术基础。

1 材料与方法

1.1 试验材料

茶树花: 江苏扬州现场采集适制绿茶品种。

上柱液: 经超滤处理的茶树花多酚超声波辅助乙醇浸提液。

HZ-801、HZ-802、HZ-803、HZ-806、HZ-818 型大孔吸附树脂(上海华震科技贸易公司)。

1.2 主要仪器

UV-2401PC 紫外可见分光光度计(日本岛津); Spectra System 高效液相色谱仪(美国 Thermo 公司); 分离柱 ODS C180. 46mm × 150mm, PDA 检测器, 740 色谱数据处理机; KQ5200 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); TFC 型中空纤维超滤膜组件(天津膜天膜工程技术有限公司); SBS-100 数控计滴自动部分收集器(上海青浦沪西仪器厂)。

收稿日期: 2006-11-11 修订日期: 2007-08-13

基金项目: 江苏省自然科学基金(BK2003044); 江苏省科技攻关项目(BE2003344)

作者简介: 黄阿根(1963-), 男, 副教授, 主要从事食品科学与工程的教学与研究。扬州 扬州大学食品科学与工程学院, 225001。

Email: aghuang@yzu.edu.cn

1.3 主要试剂

没食子酸丙酯对照品(纯度大于 98.5%, 中国医药上海化学试剂公司); 表没食子儿茶素(EGC), 表没食子儿茶素没食子酸酯(EGCG), 表儿茶素(EC), 没食子儿茶素没食子酸酯(GCG), 表儿茶素没食子酸酯(EGC), 咖啡因(CAF), 纯度均大于 98%(Sigma 公司)。

1.4 分析方法

1) 茶树花多酚含量测定

按 GB8313-1987, 用酒石酸亚铁比色法进行测定。

2) 多酚样品儿茶素成分 HPLC 分析

称取茶树花多酚样品 0.25 g, 精确至 0.001 g, 置小烧杯中, 加温水 30 mL 溶解, 冷却, 定容至 100 mL 容量瓶中, 摇匀, 过滤(0.2 μ m 纤维膜)。

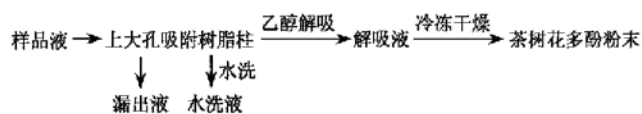
取 20 μ L 滤液, 微量加样系统注射上柱, 柱温 35 $^{\circ}$ C, 流动相: A 泵, 2% 冰乙酸; B 泵, 乙腈, 采用梯度程序洗脱, 其中 B 浓度变化: 8% (0 min) \rightarrow 31% (25 min), 总流量 1.5 mL/min。紫外检测器 UV_{280nm} 检测分离的儿茶素组分, 以儿茶素标准品在色谱柱上的保留时间为对照, 判断各儿茶素成分。

1.5 试验方法

1.5.1 样品液制备



1.5.2 树脂纯化工艺



1.5.3 树脂静态吸附解吸试验

分别量取 HZ-801, HZ-802, HZ-803, HZ-806, HZ-816 型 5 种预处理后的大孔吸附树脂各 5 mL, 置于 100 mL 锥形瓶中, 并向其中加入 50 mL 已知浓度为 1 mg/mL 的茶树花多酚样品液, 在 28 $^{\circ}$ C 恒温恒速振荡器振荡吸附 6 h, 每隔 1 h 取 1 mL 样品液测吸光度 A; 静态吸附后, 过滤除去茶树花多酚溶液, 用蒸馏水洗净, 树脂置于 100 mL 锥形瓶中, 加入 50 mL 95% 乙醇, 在 28 $^{\circ}$ C 恒温恒速振荡器振荡解吸 6 h, 每隔 1 h 取 1 mL 解吸液测吸光度 A, 考察茶树花多酚不同树脂的静态吸附解吸曲线。

1.5.4 树脂吸附条件的优化

1) 上柱液 pH 值对吸附的影响

30 mL 已处理好的 HZ-806 树脂, 装入 Φ 1.2 cm \times

40.0 cm 的层析柱中, $L/D = 20$ 。用水洗涤平衡后上柱, 上柱条件: 流速 4 BV/h (BV 为树脂柱体积), 初始浓度 $C_0 = 1.0$ mg/mL, 上柱液体积 $V = 300$ mL, 上柱液 pH 值分别为 2.0、3.0、4.0、5.0、6.0。检测漏出液多酚含量, 考察上柱液 pH 值对树脂吸附茶树花多酚的影响。

2) 上柱液浓度对吸附的影响

上柱条件: 最佳 pH 值由 1.5.4 中 1) 确定, 流速 4 BV/h, 上柱液浓度分别为 1、2、4、6 mg/mL。检测漏出液多酚含量, 漏出液多酚浓度达上柱液浓度的 10% (达到泄漏点) 停止上柱, 考察上柱液浓度对树脂吸附茶树花多酚的影响, 绘制动态吸附曲线。

3) 上柱流速对吸附的影响

上柱条件: 最佳 pH 值由 1.5.4 中 1) 确定, 最佳上柱液浓度由 1.5.4 中 2) 确定, 上柱流速分别为 1、4、8 BV/h。检测漏出液多酚含量, 考察上柱流速对树脂吸附茶树花多酚的影响, 绘制动态吸附曲线。

4) 树脂吸附特性实验

由 1.5.4 确定的最佳吸附条件进行上柱, 分部收集漏出液 (每管收集 0.2 BV), 测定管中漏出液的茶树花多酚量, 以上柱液体积 BV 为横坐标, 漏出液茶树花多酚浓度 C /上柱液浓度 C_0 为纵坐标, 绘制动态吸附曲线, 计算吸附量和吸附率。

$$\text{吸附率}(\%) = \frac{\text{上柱液多酚质量}(\text{mg}) - \text{漏出液多酚质量}(\text{mg})}{\text{上柱液多酚质量}(\text{mg})} \times 100\%$$

1.5.5 树脂洗脱条件的优化

1) 乙醇浓度对洗脱的影响

按 1.5.4 确定的最佳吸附条件进行上柱, 吸附平衡后, 用 3 BV 水快速淋洗树脂柱。洗脱条件: 洗脱液体积 3 BV, 洗脱流速 2 BV/h, 洗脱液乙醇浓度分别为 10%、20%、30%、40%、50%、60%、70%、80%、95%。收集洗脱液, 测定茶树花多酚的含量, 计算解吸率, 考察乙醇浓度对洗脱效果的影响。

$$\text{解吸率}(\%) = \frac{\text{解吸液多酚质量}(\text{mg})}{[\text{上柱液多酚质量}(\text{mg}) - \text{漏出液多酚质量}(\text{mg}) - \text{水洗液多酚质量}(\text{mg})]} \times 100\%$$

2) 洗脱液体积对洗脱的影响

按 1.5.4 确定的最佳吸附条件进行上柱, 吸附平衡后, 用 3 BV 水快速淋洗树脂柱。洗脱条件: 洗脱液由 1.5.6 中 1) 确定, 洗脱流速 2 BV/h, 洗脱液体积 10、20、30、40、50、60、70、80、90、100 mL。收集洗脱液, 测定茶树花多酚的含量, 计算解吸率, 考察洗脱液体积对洗脱效果的影响。

3) 洗脱流速对洗脱的影响

按 1.5.4 确定的最佳吸附条件进行上柱, 吸附平衡后, 用 3 BV 水快速淋洗树脂柱。洗脱条件: 洗脱液由 1.5.5 中 1) 确定, 洗脱液体积由 1.5.5 中 2) 确定, 洗脱流速分别为 2、4、6、8 BV/h。收集洗脱液, 测定茶树花多酚的含量, 计算解吸率, 考察洗脱流速对洗脱效果的影响。

4) 树脂恒定洗脱特性实验

按 1.5.4 确定的最佳吸附条件进行上柱, 吸附平衡后, 用 3 BV 水快速淋洗, 洗去水溶性杂质, 再用 1.5.5 确定的恒定洗脱条件洗脱树脂上吸附的茶树花多酚, 分部收集洗脱液(每管收集 0.2 BV), 测定管中洗脱液的茶树花多酚量, 以洗脱液体积(BV)为横坐标, 洗脱液茶树花多酚浓度(mg/mL)为纵坐标, 绘制洗脱曲线。

2 结果与分析

2.1 大孔吸附树脂的筛选

2.1.1 静态吸附性能比较

由图 1 可以看出, 树脂的吸附速率随时间的增加而急剧下降, 然后慢慢趋向饱和, 2 h 后基本达到吸附平衡。同时还可以看出, 各树脂的静态吸附量相差较大, 其中以 HZ-806 的静态吸附量较大。说明了大孔吸附树脂对茶树花多酚的吸附有较强的选择性, 其吸附能力因不同的树脂而有相当大的变化。

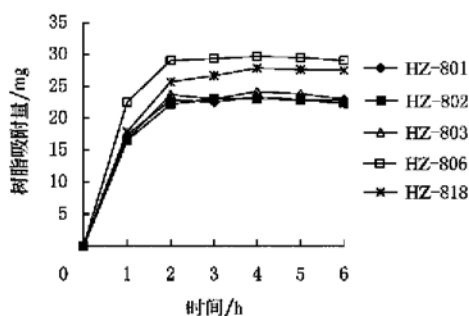


图 1 不同大孔树脂静态吸附曲线

Fig. 1 Static adsorption curves of different types of macroporous resin

2.1.2 静态解吸性能比较

由图 2 可以看出, 乙醇溶液对各种树脂都有很好的解吸能力。考察的 5 种树脂静态解吸率相差较大, 其中 HZ-802 树脂解吸能力最强, HZ-806 树脂次之。

由不同大孔吸附树脂对茶树花多酚的静态吸附、解吸性能综合比较可知, HZ-806 树脂的静态吸附量最大为 29.4 mg, 静态解吸率也较大为 88.10%。通过不同树脂静态吸附解吸性能比较, 筛选出 HZ-806 树脂用于纯化茶树花多酚的研究。

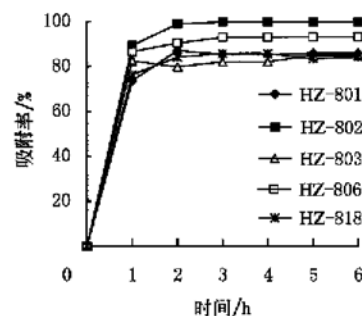


图 2 不同大孔树脂静态解吸曲线

Fig. 2 Static desorption curves of different types of macroporous resin

2.2 HZ-806 树脂吸附条件的优化

2.2.1 上柱液 pH 值对吸附的影响

由图 3 可知, 其他操作条件不变, 随着 pH 值的降低, 树脂对茶树花多酚的吸附率先升高后略有降低, 吸附茶多酚的纯度逐渐升高, 这说明低 pH 值有利于吸附的进行。茶树花多酚是一种弱酸性物质, 其 -OH 基团上的 H^+ 亦可解离出来, 以离子形式存在于水中, 而吸附质以离子形态存在时不易被所用的吸附树脂吸附, 吸附质以分子态存在时易被所用的吸附树脂吸附。因此, 当 pH 值下降时, 茶树花多酚多以分子态存在, 就易被吸附树脂所吸附, 但当 pH 值低于一定值后茶多酚几乎完全以分子态存在, 对树脂吸附影响不大, 继续降低 pH 值反而降低了树脂的选择吸附性。综上所述, pH 3.0 的条件较适于树脂吸附茶树花多酚。

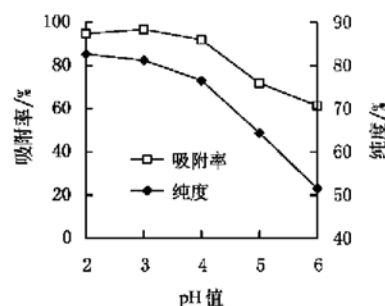


图 3 pH 对树脂吸附茶树花多酚的影响

Fig. 3 Effect of pH value on adsorption efficiency

2.2.2 上柱液浓度对吸附的影响

不同上柱液浓度的树脂动态吸附曲线如图 4, 上柱液浓度 1.0、2.0、4.0、6.0 mg/mL 漏出多酚浓度达 10% 时(即 $C/C_0 = 10\%$), 上柱液体积分别为 19.5、11.5、6.0、3.8 BV; 由于 BV = 30 mL, 故上柱液茶多酚量分别为 585.0、690.0、720.0、684.0 mg。

在低浓度多酚的条件下 ($C_0 < 4.0$ mg/mL), 随着上柱液浓度的增加, 上柱液茶多酚总量随之增加, 而上

柱过程漏出液多酚总量很少,因而树脂的吸附量随之增加;另一方面,随着上柱液浓度的增加,上柱液体积减少,而上柱流速一定,上柱操作时间缩短,工作效率提高。但是随着多酚浓度的提高,与多酚竞争吸附的杂质量也随之增加,加之流速恒定,随着料液浓度增加,可能使多酚在树脂内部扩散能力降低,因此多酚浓度超过 4.0 mg/mL 后,树脂吸附量有所下降。充分考虑树脂的吸附量和工作效率,上柱浓度以选择 $C_0 = 4.0 \text{ mg/mL}$ 为宜。

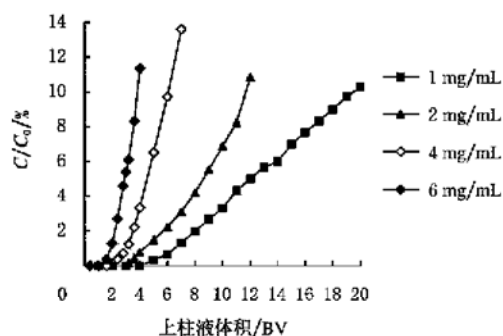


图4 上柱液浓度对树脂吸附的影响

Fig. 4 Effect of concentration of sample on adsorption efficiency

2.2.3 上柱流速对吸附的影响

不同上柱流速的树脂动态吸附曲线如图5,仅流速改变的情况下,上柱流速1、4、8 BV/h漏出多酚浓度达10%时,上柱液体积分别为6.5、6.0、4.6 BV,上柱操作时间分别为6.5、1.5、0.58 h,上柱液茶多酚量通过计算分别为780.0、720.0、552.0 mg。流速对树脂吸附的影响主要是影响溶质向树脂表面扩散,从而影响吸附效果。上柱流速太快,茶树花多酚溶液跟树脂的接触时间短,茶树花多酚分子来不及扩散到树脂的内表面而发生漏过,导致吸附率降低。流速小使茶树花多酚分子有足够的时间同树脂的内表面接触,有利于树脂对茶树花多

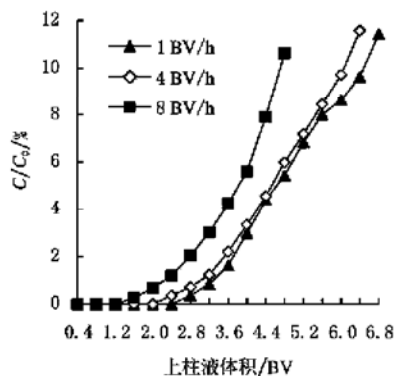


图5 上柱液流速对树脂吸附的影响

Fig. 5 Effect of flow rate on adsorption efficiency

酚的吸附,减少多酚的漏出量,从而提高其吸附率,可流速过小,会使作业周期增长。从本实验来看上柱流速4 BV/h虽较1 BV/h要快得多,但其茶多酚漏出现象不明显,其动态吸附曲线同1 BV/h的相差不大,因此,上柱流速以4 BV/h为宜,上柱液体积为6.0 BV。

2.2.4 HZ-806树脂动态吸附特性

由图6树脂动态吸附曲线可以看出,HZ-806大孔吸附树脂对茶树花多酚有良好的动态吸附性能。上柱液直到6 BV即180 mL时,漏出液多酚浓度才占上柱液浓度的10%左右,此时多酚上柱量为720.0 mg,漏出总多酚量18.0 mg,树脂吸附量702 mg,吸附率为97.50%。

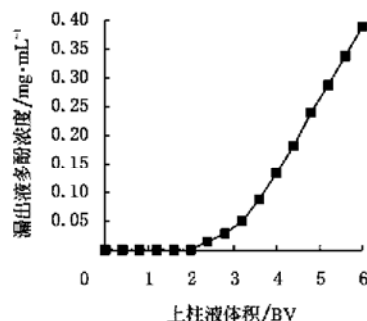


图6 HZ-806树脂动态吸附曲线

Fig. 6 Dynamic adsorption curve of resin HZ-806

2.3 HZ-806树脂洗脱条件的优化

2.3.1 乙醇浓度对洗脱效果的影响

在其他洗脱条件不变,乙醇浓度对洗脱效果的影响如图7所示,随着乙醇浓度增加,从10%到70%时,多酚解吸率得以提高。乙醇浓度为20%时,解吸率仅为37.20%,而当乙醇浓度提高到70%时,解吸率达到99.20%,随后再增加乙醇浓度,解吸率略微下降。洗脱剂乙醇浓度越高,洗脱液中醇溶性杂质就越多,茶树花多酚样品中多酚的纯度就降低,50%乙醇洗脱的多酚纯度最低,从60%乙醇开始醇溶性杂质不再增加而多酚

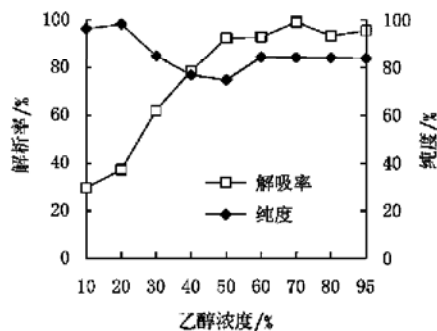


图7 乙醇浓度对洗脱效果的影响

Fig. 7 Effect of ethanol concentration on desorption efficiency

洗脱继续增加,所以纯度又有所提高直到多酚完全洗脱下来。因此,恒定洗脱选择 70% 乙醇为洗脱剂在保证解吸率的同时又能提高多酚的纯度。

2.3.2 洗脱液体积对洗脱效果的影响

洗脱剂用量对洗脱效果的影响如图 8 所示。70% 乙醇洗脱能力与其用量呈正相关,用量越大,解吸率越大。洗脱剂用量为 30 mL 时,几乎没有洗脱下茶树花多酚,而洗脱剂用量增加为 100 mL 时,茶树花多酚几乎被完全洗脱下来。因此,从节约成本出发,70% 乙醇洗脱宜以 100 mL 的用量进行洗脱。

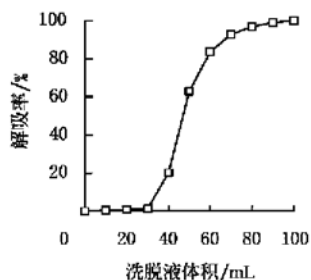


图 8 洗脱液体积对洗脱效果的影响

Fig. 8 Effect of elution volume on desorption efficiency

2.3.3 洗脱流速对洗脱效果的影响

流速对洗脱效果的影响结果见图 9。流速对洗脱效果有明显的影 响,两者成反比例关系,这可能是流速对洗脱剂与吸附在树脂上的茶树花多酚间的交换速率进行影 响所致。流速为 2 BV/h 时,解吸率可达 99.02%;而流速为 8 BV/h 时,解吸率只有 82.88%。这可能是因 为流速太快,洗脱剂未能与被吸附的多酚进行充分作用而将其从大孔树脂的吸附位点上置换出来,而流速太慢 会使作业周期增长。因此,从本实验来看,70% 乙醇洗脱流 度宜控制在 2 BV/h 为宜。

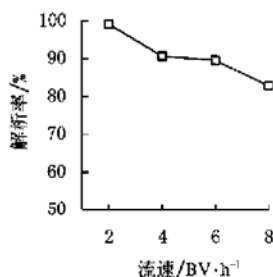


图 9 洗脱流速对洗脱效果的影响

Fig. 9 Effect of elution rate on desorption efficiency

2.3.4 HZ-806 树脂动态洗脱特性

由图 10 可以看出, HZ-806 大孔吸附树脂对茶树花

多酚有良好的洗脱性能。70% 乙醇仅 0.8 BV 即 24 mL 时就开始洗脱茶树花多酚,到 1.2 BV 即 36 mL 时洗脱多酚浓度就已达到最大值为 37.6 mg/mL,以后洗脱速率开始下降,当洗脱液达 3.3 BV 即 100 mL 时茶树花多酚基本洗脱完全。水洗液多酚 72.7 mg,洗脱多酚量 618.0 mg,解吸率为 98.20%。所以 HZ-806 大孔吸附树脂对茶树花多酚有良好洗脱效果。

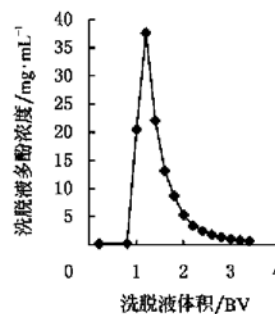


图 10 HZ-806 树脂洗脱曲线

Fig. 10 Dynamic desorption curve of resin HZ-806

综上所述,大孔吸附树脂纯化茶树花多酚最佳吸附条件为:上柱液 pH 3.0,上柱液浓度 4.0 mg/mL,上柱液体积 6 BV,上柱流速 4 BV/h;最佳洗脱条件为:洗脱液乙醇浓度 70%,洗脱流速 2 BV/h,洗脱液体积 3.33 BV。在此条件下,吸附率、解吸率分别为 97.50%、98.20%。

2.4 茶树花多酚纯化效果

由图 11、12 可看出两图在峰个数上差异不明显,说明儿茶素各组分过柱没有缺失。由表 1 可以看出,上柱前后各儿茶素组分含量都有明显的增加,其中 EGCG 从 5.07% 提高到 29.87%,总儿茶素也从 12.15% 提高到 65.02%。综上所述, HZ-806 树脂恒定洗脱茶树花多酚效果较佳,在保证得率的情况下,纯度也很高。

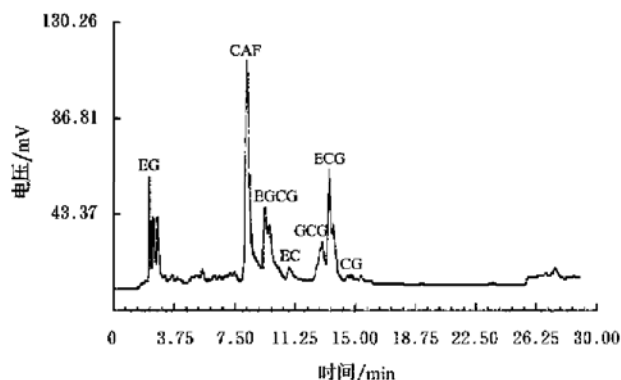


图 11 茶树花多酚纯化前 HPLC 图

Fig. 11 HPLC of the no-purified sample

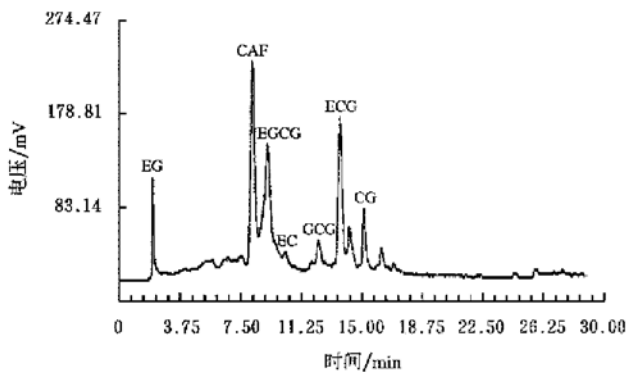


图 12 茶树花多酚纯化后 HPLC 图
Fig. 12 HPLC of the purified sample

表 1 茶树花多酚纯化前后样品成分分析
Table 1 Components analysis before and after purification of tea flower polyphenols %

组分	样品含量		儿茶素总含量		多酚含量	
	纯化前	纯化后	纯化前	纯化后	纯化前	纯化后
CAF	1.93	5.18				
EGCG	5.07	29.87				
EGC	3.24	13.10				
EC	1.64	12.44	12.15	65.02	19.43	84.32
GCG	2.30	5.37				
ECG	1.17	7.29				
CG	0.66	2.13				

注: 纯化前样品质量 3.7055 g, 纯化后样品质量 0.7329 g。

3 结 论

- 1) 运用静态吸附与解吸实验筛选到适用于茶树花多酚分离纯化用的大孔吸附树脂为 HZ-806。
- 2) 通过茶树花多酚在 HZ-806 树脂上的动态吸附研究, 确定最佳吸附条件为: 上柱液 pH 3.0、上柱液浓度 4.0 mg/mL, 上柱液体积 6 BV, 上柱流速 4 BV/h。HZ-806 大孔吸附树脂表现出较好的吸附性能, 其吸附率为 97.5%。
- 3) 通过茶树花多酚在 HZ-806 树脂上的洗脱研究得出, 洗脱使用 70% 乙醇为洗脱剂, 洗脱液体积 3.33 BV, 洗脱流速 2 BV/h。洗脱解吸率为 98.20%, 茶树花多酚纯度从 19.43% 提高到 84.32%。
- 4) 茶树花经过超声波辅助溶剂浸提, 超滤去除水溶性大分子杂质, 最终采用大孔吸附树脂选择性吸附茶树花多酚, 损失少, 得率大, 纯度高, 是茶树花资源开发利用的可行技术路线。

[参 考 文 献]

[1] Lyn-Cook B D, Rogers T, Yan Y, et al. Chemopreven-

tive effects of tea extracts and various components on human pancreatic and prostate tumor cells in vitro[J]. Nutrition and Cancer, 1999, 35(1): 80– 86.

[2] Kaul Deepak, Shukla Akshay R, Sikand Kavleen, et al. Effect of herbal polyphenols on atherogenic transcriptome [J]. Molecular and Cellular Biochemistry, 2005, 278(12): 177– 184.

[3] Ooshima, Takashi. Anti-carries activity of tea polyphenols [J]. Food and Food Ingredients Journal of Japan, 2005, 210(4): 325– 330.

[4] Lin Yungsheng, Wu Sangshung. Determination of tea polyphenols and caffeine in tea flowers (*Camellia sinensis*) and their hydroxyl radical scavenging and nitric oxide suppressing effects[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2003, 51(4): 975– 980.

[5] 田国政, 王东辉. 茶树花营养成分的分析与评价[J]. 湖北民族学院学报, 2004, 22(2): 26– 28.

[6] 陈 曹. 身价百亿茶树花[J]. 中国投资, 2006, 2: 205– 207.

[7] 黄阿根, 董瑞建, 韦 红, 等. 茶树花活性成分的分析与鉴定[J]. 食品科学, 2007, 28(7): 400– 403.

[8] John K M Mariya, Vijayan Deepu, Kumar R Raj, et al. Factors influencing the efficiency of extraction of polyphenols from young tea leaves[J]. Asian Journal of Plant Sciences, 2006, 5(1): 123– 126.

[9] 中国专利 ZL88108154.X. 1071660A.

[10] Chen Rongyi, Zhang Xinshen, Shen Jinshan, et al. Study on comprehensive extraction of tea polyphenols, caffeine, theanine and tea polysaccharides[J]. Shipin Kexue, 2005, 26(4): 174– 177.

[11] Tang K W, Zhpi C, Jiang X Y. Preparation of ester catechins with high proportion by deposition-adsorption [J]. J Cent South Univ Technol, 2002, 33(3): 247– 249.

[12] Lu Yuanping, Yao Kai, He Qiang, et al. Purification of tea polyphenol with macroporous adsorption resin [J]. Zhongguo Youzhi, 2003, 28(10): 64– 66.

[13] Li Ping, Wang Yanhui, Ma Runyu. Separation of tea polyphenol from green tea leaves by a combined CATUFM-adsorption resin process[J]. Journal of Food Engineering, 2005, 67: 253– 260.

[14] Chen Longsheng, Zhong Shi'an, Zhou Chunshan, et al. Study on new technology for isolating high-purity tea polyphenols by macropore resin[J]. Linchan Huaxue Yu Gongye, 2004, 24(4): 65– 67.

[15] 董瑞建, 黄阿根, 梁文娟. 茶花多酚提取工艺研究[J]. 食品与机械, 2007, 23(1): 83– 86.

Purification technology of polyphenols from tea flower with macroporous absorbent resin

Huang Agen, Dong Ruijian, Xie Kaizhou

(College of Food Science and Technology, Yangzhou University, Yangzhou 225001, China)

Abstract: A process for isolating and purifying polyphenols from tea flower was developed. Proteins and other macromolecules in the polyphenols extracted by ethanol from tea flower were removed by ultrafiltration. Macroporous absorbent resin was chosen under the condition of static adsorption with ultrafiltrated samples, and finally the optimum tea flower polyphenol purification parameters were established with dynamic adsorption. Results indicate that HZ-806 resin has better adsorption and desorption properties than that of other four resins. The best adsorption conditions are found to be 4.0 mg/mL of polyphenol concentration, polyphenol sample volume is six times of the bed volume(BV), at pH 3.0 and a flow rate of 4 BV/h. Whereas the optimal desorption conditions are found to be a flow rate of 2 BV/h using 3.33 times BV of 70% ethanol for elution. The final adsorption rate and desorption rate are 97.5% and 98.20%, respectively. The purity of tea flower polyphenols increases from 19.43% to 84.32%. That suggests that polyphenols can be obtained from tea flower effectively.

Key words: tea flower; polyphenols; purification; macroporous absorbent resin